

ПРИМЕНЕНИЕ СТАТИСТИКИ ПРИ ИЗМЕРЕНИИ КОЛИЧЕСТВА ЧАСТИЦ И В РАСЧЕТАХ ПО СТАНДАРТАМ

Джим Бабб, Adams Instruments (США)

Джим Бабб является директором отдела оптического инжиниринга фирмы Adams Instruments. Более 24 лет он занимается разработкой сверхсложных лазерных электро-оптических систем и определением метрологических стандартов для FDA, военных заказчиков и космической отрасли.

Адрес его электронной почты: atjimb@adaminstruments.com

Статья публикуется с разрешения редакции журнала CleanRooms, January 2007, (www.cleeanrooms.com)

Понимание статистических закономерностей, лежащих в основе классификации чистоты воздуха, может помочь в проектировании и поддержании технологической среды чистого помещения

Статистика – это фундаментальная основа классификации чистоты воздуха чистых помещений, однако часто это утверждение понимается и принимается не полностью. В этом нет ничего удивительного, т.к. обычно оператор выполняет стандартную операционную процедуру, дающую мало возможностей для толкования данных. Тем не менее, понимание того, почему работа выполнялась именно таким образом, а также дополнительная информация, полученная на основе полученных результатов измерения количества частиц, может принести большую пользу при проектировании и обслуживании качественной технологической среды чистого помещения.

Чистота воздуха измеряется путем подсчета количества частиц в заданном диапазоне размеров. В биотехнологии и фармацевтической промышленности используется пороговая величина размера 0,5 мкм и больше, тогда как в полупроводниковой промышленности 0,1 мкм и меньше. В случае с биотехно-

логией и фармацевтической промышленностью выбор определяется предписаниями нормативных документов, а для полупроводниковой промышленности выбор определяется необходимостью достижения максимального качества продукта. В данной статье простыми терминами объясняются статистические данные, используемые при классификации, связанной с подсчетом частиц и способом измерения. Более подробное объяснение можно найти в других работах [1-3].

Основные понятия статистики

Когда производятся какие-либо измерения, результаты всегда подвергаются случайным отклонениям, а также систематическим влияниям (имеющим причинно-следственный характер). Например, скорость автомобиля на ровной прямой дороге должна была бы считаться постоянной величиной, но фактически она изменяется в результате изменений скорости воздуха, плотности воздуха, различного состояния

поверхности дороги и многих других параметров. Когда мы говорим о случайных колебаниях, мы подразумеваем неизвестные или даже непознаваемые воздействия. Хотя отклонения (недостовности) в проводимых измерениях и индивидуальны, но при выполнении большого количества измерений эти отклонения подчиняются хорошо известным закономерностям.

Среднее значение, т.е. сумма нескольких величин, деленная на их количество, часто выражается следующей формулой:

$$\text{Среднее} = \frac{\sum X}{N}$$

где

X – значение величины,

N – количество значений величины.

Разброс значений называется стандартным (среднеквадратическим) отклонением. Оно рассчитывается с помощью следующей формулы:

$$\sigma = \frac{\sqrt{\sum(\text{среднее} - X)^2}}{(N - 1)}$$

Стандартное отклонение часто выражается буквой σ (сигма).

Если изменения значений величины при измерении подчиняются гауссовому (нормальному) распределению (широко известная колоколообразная кривая, или кривая распределения Гаусса), то ожидается, что 67% всех значений будут находиться в диапазоне «среднее значение $\pm\sigma$ ». Например, если среднее значение равно 20, а стандартное отклонение 5, значит, 67% всех значений величины будет находиться в диапазоне от 15 до 25. Далее, 95% значений будут находиться в диапазоне «среднее значение $\pm 2\sigma$ », а 99% всех значений – в диапазоне «среднее значение $\pm 3\sigma$ ».

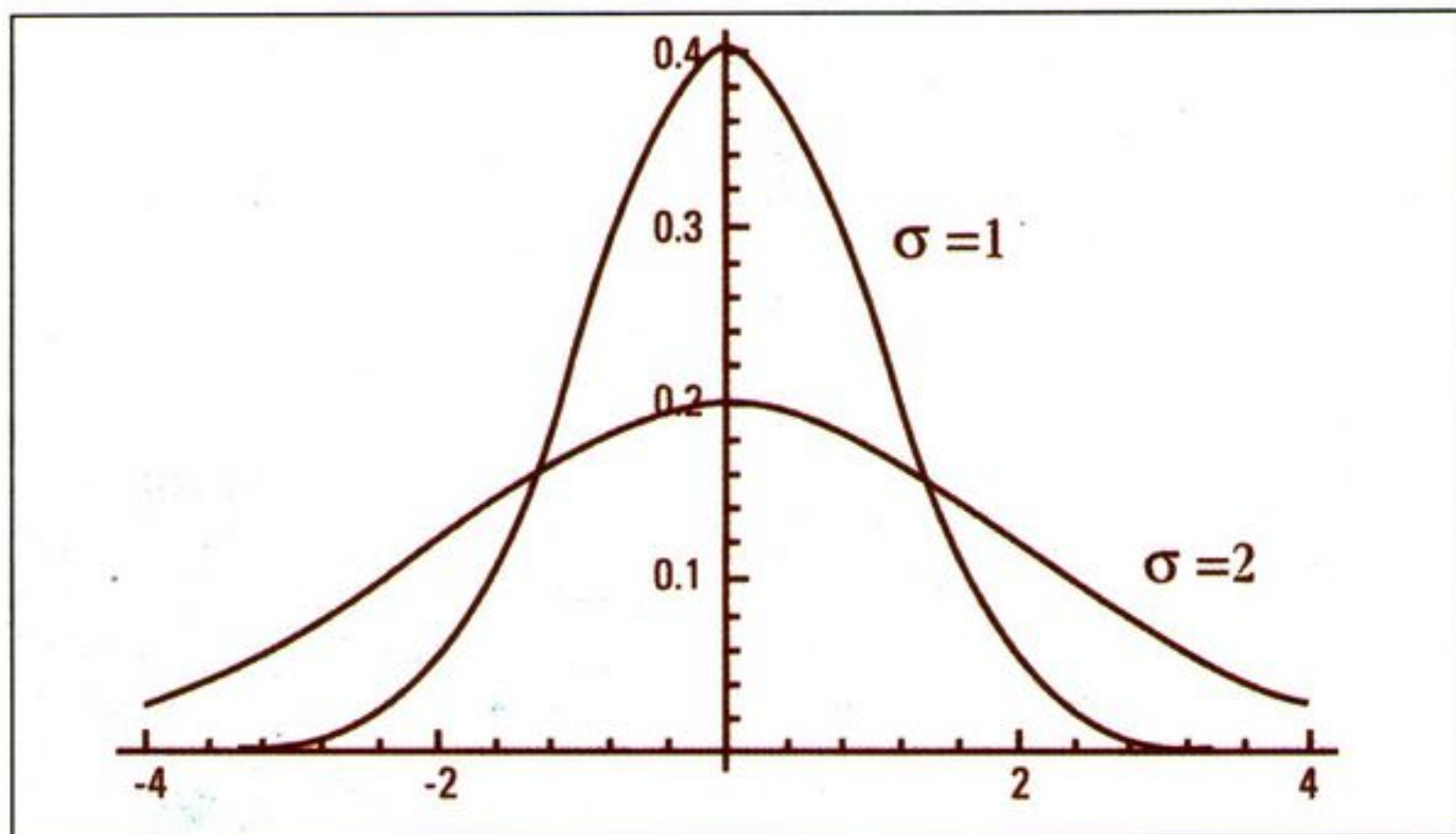


Рис. 1. Кривая распределения Гаусса

Значение «существенный» часто используется в контексте «Существенна ли разница?». Этот вопрос можно перефразировать так: «Будет ли равен 5% (1 из 20) или более шанс того, что эти два измерения равны?». Если ответ на этот вопрос будет положительным, значит, значения *не отличаются существенно*. Если ответ отрицательный, значит, значения *имеют существенные отличия*.

Следует помнить, что каждое среднее значение имеет стандартное отклонение. Эти понятия неразделимы: одно не имеет смысла без другого. Общая ошибка при представлении статистических данных состоит в том, что исполнители забывают про это правило, которое часто можно проиллюстрировать следующим утверждением: «Если в одном кубическом футе сосчитана одна частица, то, значит, в одном кубическом

стандартное отклонение фактически измеренного количества частиц с теоретическим стандартным отклонением. Если значения измеренного и вычисленного стандартного отклонения отличаются существенно, мы можем сделать вывод о том, что есть неслучайные факторы, влияющие на измерение. Так, слишком большое стандартное отклонение может быть вызвано проблемой с отбором пробы (например, из-за осаждения частиц), а слишком низкое значение – проблемами с измерительным прибором. **В статистике нет ничего более сомнительного, чем совершенство.**

Т.к. мы ожидаем, что стандартное отклонение будет составлять корень квадратный среднего значения, из этого следует, что количество подсчитанных событий «4» не существенно отличается от количества подсчитанных событий «0». Другое наблюдение состоит в том,

Стандартная ошибка (se) вычисляется делением стандартного отклонения на корень квадратный из количества проб:

$$se = \frac{\sigma}{\sqrt{N}}$$

95%-ный верхний доверительный предел (UCL) можно вычислить, используя следующую формулу:

$$95\% \text{ UCL} = T_{val} * se,$$

где T_{val} вычисляется с помощью сложной формулы или по таблицам, значения в которых зависят от числа значений и от требуемого уровня достоверности. При классификации чистых помещений значения T_{val} рассчитываются заранее и подставляются в описанный выше метод расчета UCL. Если число значений больше 9, то T_{val} считается равным 0, и в этом случае стандартную ошибку можно не учитывать.

ПРАКТИЧЕСКИ НЕВОЗМОЖНО ДОСТОВЕРНО ИЗМЕРИТЬ КОЛИЧЕСТВО ЧАСТИЦ, РАВНОЕ НУЛЮ, И ЗНАТЬ, ЧТО ОНО ДЕЙСТВИТЕЛЬНО РАВНО НУЛЮ

метре должно быть 35 частиц». Фактически же истина в том, что одна сосчитанная частица на кубический фут имеет стандартное отклонение, равное одной частице, что означает: ожидаемое количество частиц в одном кубическом метре будет равно 35 со стандартным отклонением 35, что в свою очередь означает, *что «истинное» количество частиц будет находиться в диапазоне от 0 до 105 на кубический метр.*

Статистика подсчета частиц

При измерении какого-либо параметра, количество которого можно определить путем подсчета (например, подсчета частиц), статистика подчиняется распределению Пуассона. В соответствии с ним там, где имеет место случайное распределение отдельных элементов, и берется некоторая выборка (например, один кубический фут воздуха из помещения), стандартное отклонение будет составлять корень квадратный из количества сосчитанных элементов. Таким образом, ожидаемое значение величины будет равно дисперсии, которая, в свою очередь, равна квадрату стандартного отклонения, т.е. количеству единиц счета.

Эта взаимосвязь очень полезна, т.к. она позволяет предсказать и сравнить

что слишком низкое количество подсчитанных событий является по сути своей неточным: чем выше количество событий, тем точнее измерение. Если измерение дало значение 25, стандартное отклонение составит 5 (или 20%). Если измерение показало значение 1000, стандартное отклонение составит приблизительно 3%. Это же можно сформулировать иначе: если измерение повторялось 100 раз, то ожидается, что 67 результатов измерения будет находиться в пределах 3% от 1000.

Стандартная (средняя квадратическая) ошибка

Стандартная ошибка – это показатель того, насколько точно результат отображает реальное состояние. При подсчете частиц это среднее значение результатов измерений количества частиц, подсчитанных в различных точках, которые сами зачастую являются средней величиной отдельных проб.

Точность результата определяется указанием верхнего и нижнего доверительного предела. Обычно достоверность составляет 95% (вспомним слово «существенный»). При классификации чистого помещения мы заинтересованы в 95%-ном верхнем доверительном пределе (UCL – *upper confidence limit*).

Выбор объема пробы

Для классификации чистого помещения в соответствии со стандартом ISO 14644 [4] и Федеральным стандартом 209 (отмененным 29.11.01) требуется минимальный объем пробы, который должен быть более 0,1 кубического фута, или объем, содержащий предположительно 20 частиц определенного размера (в зависимости от соответствующего класса чистоты). Этот объем рассчитывается по приведенным в стандарте правилам. Например, если предполагается, что в воздухе проверяемого чистого помещения содержится 100 частиц в кубическом футе (28,3 л), то минимальный объем пробы составит 0,2 кубических фута (5,6 л). Следует также отметить, что в стандарте ISO имеется требование отбирать пробу в течение минимум одной минуты независимо от скорости потока.

С другой стороны, в британском стандарте 5295 (BS 5295) определено, что объем пробы должен составлять один кубический фут при скорости потока один кубический фут в минуту, а изменение объема определяется указанием количества проб на одну точку контроля.

Значение минимального объема пробы, в котором содержится именно

20 частиц, можно понять на основе данных предыдущего раздела «Статистика подсчета». Пока объем пробы не будет достаточно велик, недостоверность измеренных значений тоже будет велика, и, таким образом, будет невозможно достоверно определить разницу между, скажем, концентрацией 100 частиц на кубический фут и 10 частиц на кубический фут.

Ранее Правила GMP Европейского союза устанавливали количество частиц для некоторых классов, равное 0 на кубический метр. Исходя из сказанного выше, можно сказать, что это потребует неопределенно большого объема пробы. Если поразмыслить, то *практически невозможно достоверно измерить количество частиц, равное нулю, и знать, что оно действительно равно нулю.*

Выбор количества точек отбора проб

Каждый стандарт имеет свой собственный метод определения количества точек отбора проб. Часто метод требует большего количества точек отбора проб

для получения более точного уровня классификации (для стандарта ISO этого не требуется, но требуется для FS209 и BS5295). Это делается, опять же, для уменьшения недостоверности при подсчете количества измеренных частиц путем увеличения количества проб.

В идеале, для получения хорошего пространственного представления о распределении частиц по площади, расположение точек пробоотбора должно представлять собой правильную сетку. Но это идеальное расположение точек может быть ограничено физической планировкой площади, делающей невозможным измерение в более предпочтительных местах. Другая проблема, с которой можно неожиданно столкнуться – это желание оператора, часто подсознательное, избегать проблемных мест.

Для упрощения подсчета 95%-ного UCL с помощью стандартов ISO и FS209 лучше всего делать замер в десяти точках. Это будет означать, что можно не учитывать стандартную ошибку, а среднее значение можно считать соответствующим 95%-ному UCL.

Количество точек для общего мониторинга чистого помещения определяется целями мониторинга, которые должны учитывать риски, целями и преимуществами технологического процесса, а также необходимостью соответствия нормативным требованиям.

Хотя нет особых норм и предписаний, устанавливающих количество точек отбора проб, за которыми будет вестись наблюдение, чтобы определить предполагаемое количество точек нужно вычислить квадратный корень общей площади в квадратных метрах, как это делается в расчетах по стандарту ISO.

Литература

1. Hon, Keone. *An Introduction to Statistics*, [http:// www.artofproblemsolving.com/LaTeX/Examples/ statistics_firstfive.pdf](http://www.artofproblemsolving.com/LaTeX/Examples/statistics_firstfive.pdf)
2. Grinstead, Charles M., J. Laurie Snell. *Introduction to Probability*, http://www.dartmouth.edu/~chance/teaching_aids/books_articles/probability_book/amsbook.mac.pdf
3. Reichmann, W.J. *Use and Abuse of Statistics*. Pelican, 1964.
4. «Particlecounter,» Wikipedia: http://en.wikipedia.org/wiki/Particle_counter

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
- КОНКУРЕНТОСПОСОБНЫЕ 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

