

СЧЕТЧИКИ ЧАСТИЦ И ИХ ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В. И. Калечиц
Генеральный директор ООО «ПСК «Клинрум Инструментс»

Некоторое время назад автору этой статьи понадобилось дать литературную ссылку на перечень характеристик счетчиков частиц аэрозолей. Неожиданно это оказалось непростой задачей. В наиболее популярных книгах на русском языке, затрагивающих этот вопрос – монографии В. Уайта «Технология чистых помещений» и книге «Проектирование чистых помещений» (под редакцией В. Уайта) – приборы для измерения размеров и концентрации частиц в чистых помещениях описываются в общем виде; их характеристики не описываются и никак не комментируются. Нет такого описания и в статьях, опубликованных в журнале «Чистые помещения и технологические среды» (и включенных в сборник «Контроль параметров чистых помещений», изданный в 2008 г.). Последняя публикация по этой тематике – это статья автора, напечатанная в книге «Чистые помещения» (изданной в 1998 г.). Так как указанная книга не переиздавалась, и понимая важность (и необходимость) для пользователей приборов знания и понимания основных принципов работы счетчиков частиц, автор принял решение вновь подготовить к печати указанную статью, разумеется, внося в публикацию все необходимые исправления и добавления, связанные с теми изменениями, которые произошли в технологии чистых помещений за последнее десятилетие.

Суть любого определения чистого помещения сводится к тому, что количество аэрозольных частиц в нём поддерживается в определённых пределах, причём по численному значению счётной концентрации частиц известного размера можно сделать вывод о классе чистоты этого помещения. Основными параметрами, которые должны контролироваться в чистом помещении и которые определяют его класс чистоты, являются размер и счётная концентрация частиц аэрозолей.

Рассмотрим подробнее природу и основные свойства аэрозольных частиц.

1. Аэрозоли – определения и основные свойства

В природе, технике, в различных процессах вещества очень часто находятся в виде *дисперсных систем*, состоящих из множества мелких частиц (дисперсной фазы), находящихся в однородной среде (дисперсионной среде). **Аэрозоль** – частный случай дисперсной системы с газобразной дисперсионной средой (воздухом) и взвешенной в ней твёрдой или жидкой дисперсной фазой. Иначе говоря, аэрозоль является взвесью твёрдых или жидких¹ частиц в воздухе.

Аэрозоли – это естественная среда обитания человека. Мы дышим воздухом, в каждом литре которого содержатся миллионы частиц; даже в очень чистом атмосферном воздухе, например, в горных районах, счётная концентрация частиц достигает 100 частиц/см³. Можно привести сколь угодно приме-

ров как естественных (природных) аэрозолей, так и аэрозолей антропогенных, т.е. образующихся вследствие деятельности человека. Это причудливые облака в небе, мельчайшие брызги над морскими волнами, переносимая ветром пыльца растений, огромные клубы пыли над кратером вулкана – но это и шлейфы дыма над заводскими трубами, инверсионный след за самолётом, сигаретный дым или висящий над городом смог.

Важнейшими характеристиками отдельной аэрозольной частицы являются **её размер, форма и структура**, а также **химический состав и агрегатное состояние** вещества частицы. Поскольку аэрозоли состоят из большого числа частиц (иногда, особенно в научной литературе, употребляется термин «ансамбль частиц»), для их описания необходимо знать концентрацию частиц в единице объёма воздуха. Наконец, не следует забывать, что свойства аэрозолей определяются не только дисперсной фазой (частицами), но и свойствами дисперсионной среды, т.е. воздуха (или иного газа) – его давлением, температурой, скоростью течения, наличием турбулентностей и т.д. Тем не менее основными характеристиками аэрозолей, определяющими в основном их свойства, принято считать именно размер частиц и их концентрацию.

Размеры аэрозольных частиц обычно выражаются в микрометрах (микронах, мкм), однако применяются и другие единицы измерений, например, нанометр: 1000 нм = 1 мкм.

Размер частиц можно характеризовать диаметром или радиусом. Необходимо всегда чётко различать, о каком именно размере идет речь – представьте, насколько это важно, когда указывается чувствительность прибора или размер наиболее проникающих частиц (MPPS) для HEPA – фильтра. В технике чистых помещений под размером частицы обычно понимается её диаметр (в том смысле, как это изложено ниже в разделе «Форма частиц и эквивалентные размеры»).

Каковы размеры аэрозольных частиц?

В определении аэрозольной частицы, приведённом в первом отечественном стандарте по чистым помещениям ГОСТ Р 50766-95², были названы нижняя (0,005 мкм) и верхняя (100 мкм) границы размеров аэрозольных частиц. Следует пояснить, почему обе эти величины надо всё же считать ориентировочными.

Совокупность отдельных молекул – это газ. При этом многие газы и пары веществ могут содержать группы одинаковых молекул (димеры, тримеры и т. д.), удерживаемых вместе силами молекулярного притяжения (ван-дер-ваальсовы силы). В какой же момент «кончатся» молекулы и «начнутся» частицы? Этот переход определяется не линейными размерами, а физическими свойствами агломерата.

Отдельные молекулы, сталкиваясь с какой-либо поверхностью, отскакивают³ от неё. Для аэрозольной частицы, даже самой мелкой, характерно противопо-

¹ Взвешенные в воздухе частицы могут быть и многофазными, как, например, тающий кристалл льда или капля воды с поглощённой ею твёрдой частицей.

² Сейчас этот стандарт заменен на группу стандартов ГОСТ Р ИСО 14644.

³ В данном случае мы пренебрегаем явлением молекулярной адсорбции, поскольку вероятность этого значительна лишь для чистой поверхности. Кроме того, адсорбция обратима и удерживаемые на поверхности молекулы могут возвращаться в газ.

ложное поведение: она не отражается от поверхности, а практически необратимо захватывается ею. Это свойство зависит не только от количества молекул в агрегате, но и от их природы, поэтому за границу «превращения» группы молекул в аэрозольную частицу можно приблизительно принять 6–10 молекул или 1 нанометр (0,001 мкм).

Характерной особенностью аэрозолей является то, что частицы движутся преимущественно вместе с газом. Конечно, при этом аэрозольная частица может перемещаться относительно дисперсионной среды под действием сил тяжести (этот процесс называется *седиментацией*), инерции, электромагнитного поля и т. д., однако эти перемещения незначительны относительно движения всего аэрозоля как целого (в отличие, например, от капли дождя, перемещающейся относительно облака).

Верхнюю границу размеров аэрозольных частиц принято соотносить именно с возможностью частицы удерживаться средой достаточно длительное время. В зависимости от интенсивности турбулентности, плотности воздуха, скоростей перемещения среды эта граница лежит в диапазоне размеров 40–100 мкм.

В технике чистых помещений размерный диапазон контролируемых в воздухе частиц принято делить на три области:

- частицы диаметром от 0,1 мкм до 5,0 мкм;
- частицы диаметром менее 0,1 мкм (ультратонкие частицы);
- частицы диаметром более 5,0 мкм (макрочастицы).

При определении счётной концентрации частиц в воздухе чистых помещений измерения проводят, как правило, для частиц с диаметрами от 0,1 мкм до 5,0 мкм. Содержание в воздухе частиц именно этого размерного диапазона положено в основу классификации чистых помещений по классам чистоты [1].

Однако в связи с развитием микроэлектроники и особенно нанотехнологий все более важное значение приобретают приборы и методы измерений ультратонких частиц. Что касается контроля макрочастиц, то он остается традиционно важным в аэрокосмической промышленности, где действуют отраслевые нормативные документы, и во всех отраслях, работающих по правилам GMP.

Форма частиц и эквивалентные размеры

Выше условно предполагалось, что форма частиц близка к изометрической, т. е. все три её размера совпадают. Однако это условие всегда выполняется только для жидких капель, имеющих идеальную сферическую форму. Частицы, один из размеров которых в 3 – 5 и более раз меньше двух остальных,

называются пластинками, а частицы, у которых один из размеров в 3 – 5 раз больше двух остальных – волокнами. Большинство же аэрозольных частиц могут иметь разнообразные промежуточные формы.

Для описания свойств и поведения аэрозолей обычно стремятся привести размер частицы к *эквивалентной сфере*, имеющей те же свойства, что и исследуемая частица. В частности, если размер частицы измеряется с помощью какого-либо прибора или устройства, то эквивалентным диаметром частицы называется диаметр сферической частицы, оказывающей такое же воздействие на этот прибор, что и измеряемая частица.

Различают:

- **эквивалентный оптический диаметр** – диаметр сферы, имеющей то же сечение рассеяния света, что и измеряемая частица. Именно эта величина измеряется в оптических приборах типа счётчиков и спектрометров аэрозолей;
- **аэродинамический диаметр** – диаметр сферической частицы единичной плотности ($\rho = 1 \text{ г/см}^3$), имеющей те же аэродинамические показатели, что и исследуемая частица. Эта величина измеряется с помощью импакторов и оптических аэродинамических счётчиков частиц;
- **стоксовский диаметр** – диаметр шара, имеющего ту же плотность вещества и ту же скорость седиментации, что и измеряемая частица.

Что же касается измерений, выполненных прямым наблюдением с помощью оптического или электронного микроскопа, то их результаты принято характеризовать проективным диаметром, т. е. диаметром сферической частицы,

имеющей ту же площадь проекции на плоскость наблюдения, что и измеряемая частица.

В зависимости от соотношения размеров частиц между собой принято различать следующие виды аэрозолей:

- **монодисперсный аэрозоль** – аэродисперсная система, содержащая частицы одного размера;
- **полидисперсный аэрозоль** – аэродисперсная система, содержащая частицы различных размеров.

Если монодисперсные аэрозоли можно описать двумя параметрами – счётной концентрацией и размером частиц, то для того, чтобы полностью охарактеризовать полидисперсный аэрозоль, необходимо не только подсчитать количество частиц в объёме воздуха, но и определить размер каждой частицы. На практике, естественно, измеряются не все частицы, а лишь такое их количество, чтобы обеспечить статистическую достоверность измерений. Результаты таких измерений представляют различными способами – в форме таблиц или графически в виде гистограммы или функции распределения частиц по размерам.

Очевидно, что свойства аэрозолей существенным образом зависят от количества взвешенных в воздухе частиц. В технике чистых помещений основной характеристикой, описывающей количество частиц, является **счётная концентрация частиц** – среднестатистическое количество отдельных аэрозольных частиц определенного размера, содержащихся в единице объема воздуха.

В промышленной гигиене, в нормах на предельно допустимые концентрации (ПДК) веществ в аэрозольном состоянии в воздухе используется весовая концентрация аэрозолей (грамм, миллиграмм или микрограмм в единице объёма

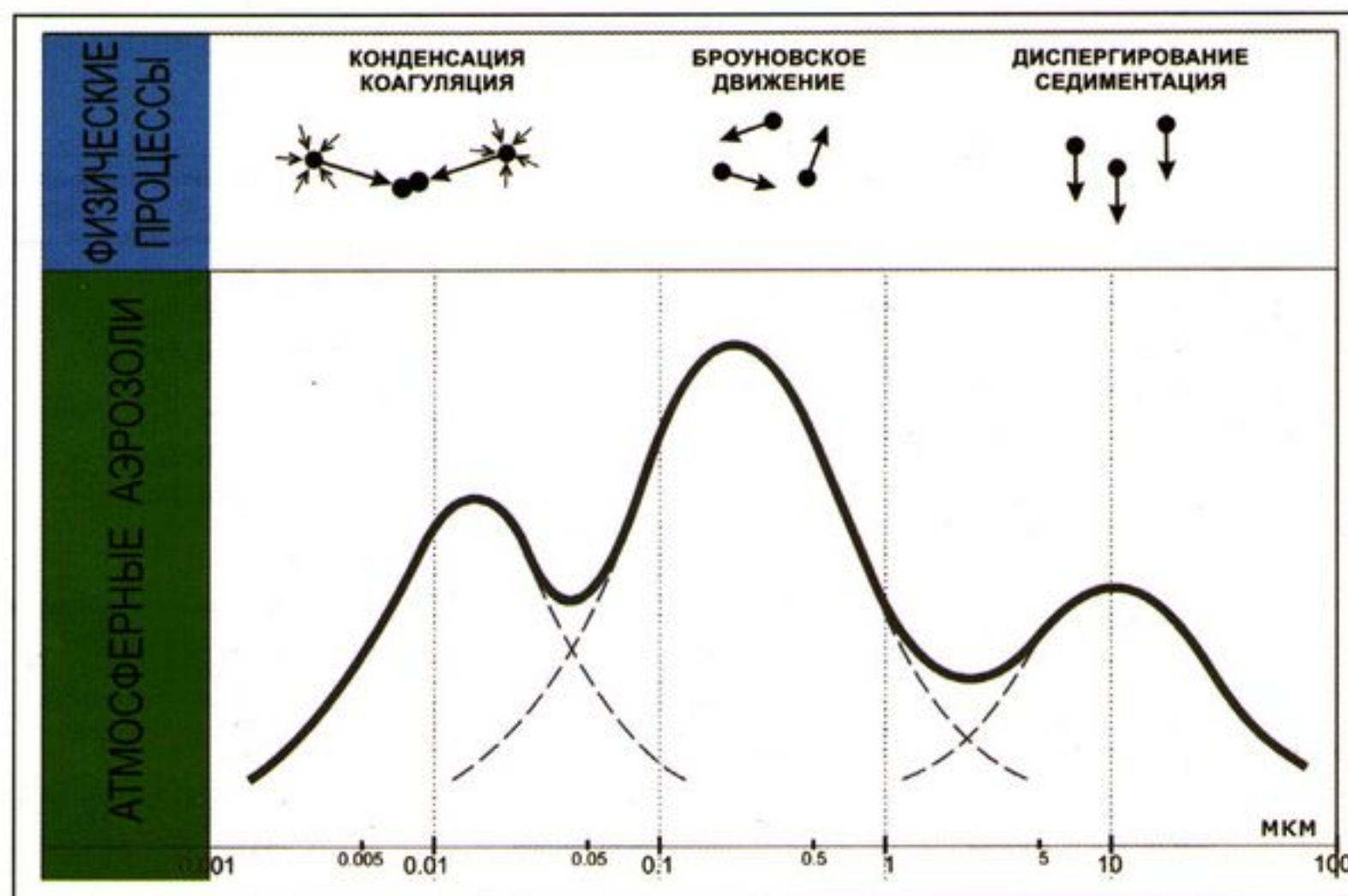


Рис. 1. Общий вид функции распределения атмосферных аэрозольных частиц по размерам; физические процессы и приборы, характерные для каждого диапазона размеров

воздуха), однако при измерениях в чистых помещениях эти единицы не применяются.

Атмосферные аэрозоли

Поскольку частицы попадают в чистое помещение вместе с наружным воздухом, полезно рассмотреть некоторые свойства атмосферного аэрозоля.

Многочисленные экспериментальные исследования позволили установить, что функцию распределения атмосферных аэрозольных частиц по размерам можно представить в виде кривой, имеющей три характерных максимума [2] (т. н. «тримодальное распределение» – рис. 1). Безусловно, как положение этих максимумов, так и их величина и ширина могут изменяться в зависимости от конкретных условий, но общий характер распределения всегда сохраняется.

Первый (по мере возрастания размеров частиц) максимум соответствует тонкодисперсным частицам, образующимся в атмосфере при **конденсации** паров различных веществ и в ходе фотохимических реакций. Для частиц таких размеров характерна **коагуляция**, т. е. укрупнение частиц путём образования сложных агломератов.

Второй, самый заметный максимум приходится на частицы субмикронного диапазона размеров. Это связано в первую очередь с тем, что из-за броуновского движения скорость седиментации этих частиц чрезвычайно мала – они присутствуют в воздухе всегда. В природе генерация частиц субмикронного размера постоянно происходит при распылении капель воды (брызги над поверхностью морей и океанов) и их дальнейшем высыхании. Кроме того, эта размерная фракция постоянно пополняется за счёт коагуляции и постепенного укрупнения тонкодисперсных частиц.

Субмикронные частицы не только наиболее многочисленны в атмосфере

ном воздухе. Именно этому диапазону размеров соответствует область максимальной проницаемости высокоэффективных фильтров.

Третий максимум в функции распределения находится в области крупных частиц, которые возникают в ходе природных процессов **диспергирования** веществ – механического разрушения материалов, эрозии почвы, дробления и пр. К этой же области размеров относится и большинство микроорганизмов, например, бактерии. Такие частицы недолго могут находиться во взвешенном состоянии; они оседают под действием силы тяжести, легко вымываются из атмосферы дождями, поэтому численные значения счётной концентрации макрочастиц в воздухе обычно невелики, но именно эти частицы определяют массовую (весовую) концентрацию аэрозолей в воздухе.

2. Средства и методы измерений счётной концентрации частиц в воздухе

Для контроля частиц аэрозолей в чистых помещениях используются оптические (в том числе лазерные) счётчики частиц – фотоэлектрические приборы, определяющие количество частиц, прокачанных через измерительный объём прибора, путём подсчёта количества импульсов света, рассеянного каждой отдельной частицей при её пролёте через световой луч.

Обобщённая оптическая и пневматическая схема такого прибора представлена на рис. 2. Тонкая струя аэрозоля прокачивается через сфокусированный луч света от источника излучения (обычно, лазера), причём диаметр струи подбирается таким образом, чтобы в луче находилось, как правило, не более одной аэрозольной частицы. Для предотвращения распространения частиц внутри измерительной камеры аэрозольная

струя иногда обдувается коаксиальным потоком чистого воздуха. Свет, рассеянный частицей, собирается оптической схемой и направляется на фотоприёмное устройство. Опорный диод используется для стабилизации уровня излучения источника света. Световые импульсы преобразуются фотоприёмником в электрические импульсы, амплитуда которых пропорциональна геометрическому размеру частиц.

Одновременно прибор измеряет тем или иным способом объём воздуха, прошедшего через измерительный объём, что позволяет путём простого арифметического действия (осуществляемого обычно электронным блоком прибора без вмешательства оператора) определить значение счётной концентрации частиц.

При дальнейшей обработке сигнала в электронном блоке амплитуды электрических импульсов сравниваются с пороговыми значениями, соответствующими определенным размерам частиц (о градуировке счетчиков частиц см. ниже), причём таких порогов может быть несколько. Число пороговых значений определяет число каналов (размерных диапазонов) в счетчике частиц.

Подсчет количества импульсов может проводиться двумя способами – в интегральном (кумулятивном) или в дифференциальном режиме.

В интегральном режиме прибор подсчитывает общее число импульсов, амплитуда которых превышает пороговое значение, т.е. определяется число частиц с диаметром больше заданного. Таким образом, число частиц в каждом последующем канале будет меньше, чем в предыдущем. Такой способ подсчета удобен, например, при аттестации чистых помещений – ведь в классификационной таблице указано именно общее число частиц, размер которых превышает заданный.

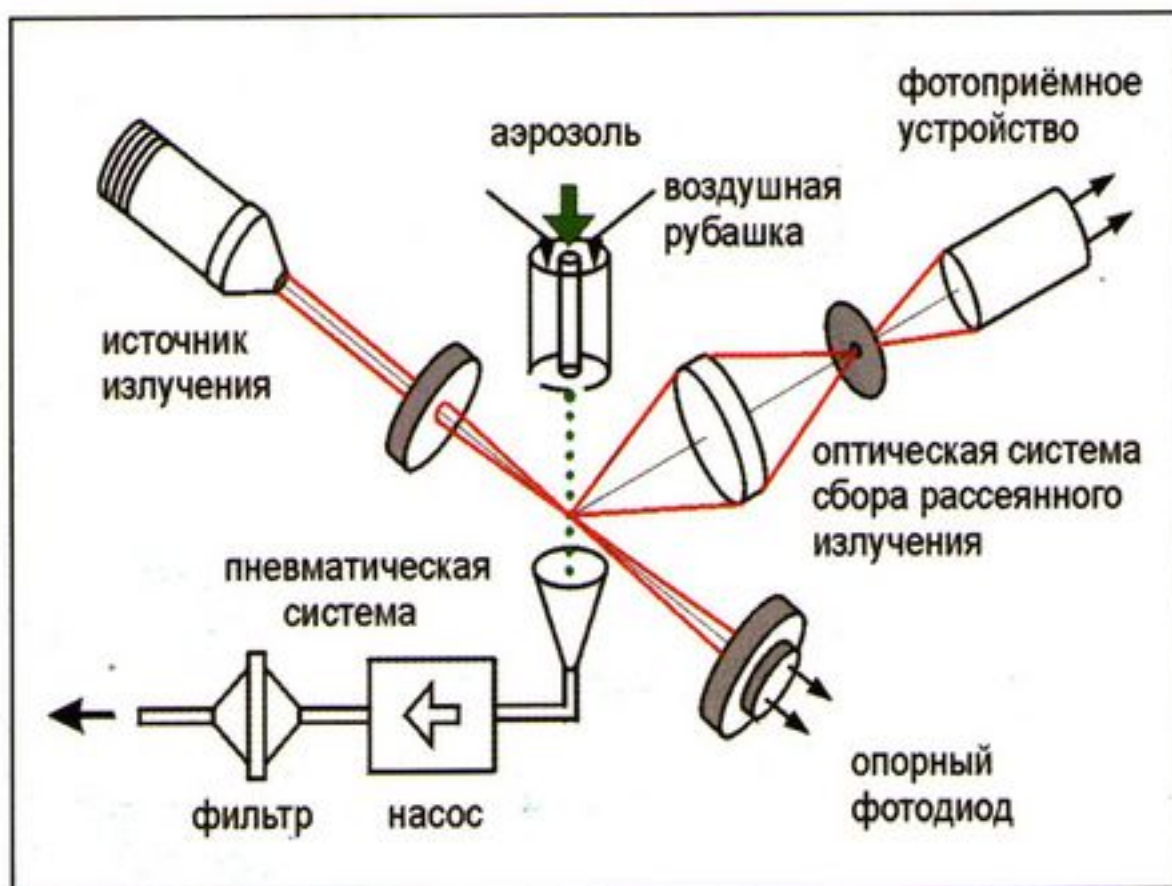


Рис. 2. Обобщённая оптическая и пневматическая схемы оптического счётчика частиц аэрозолей

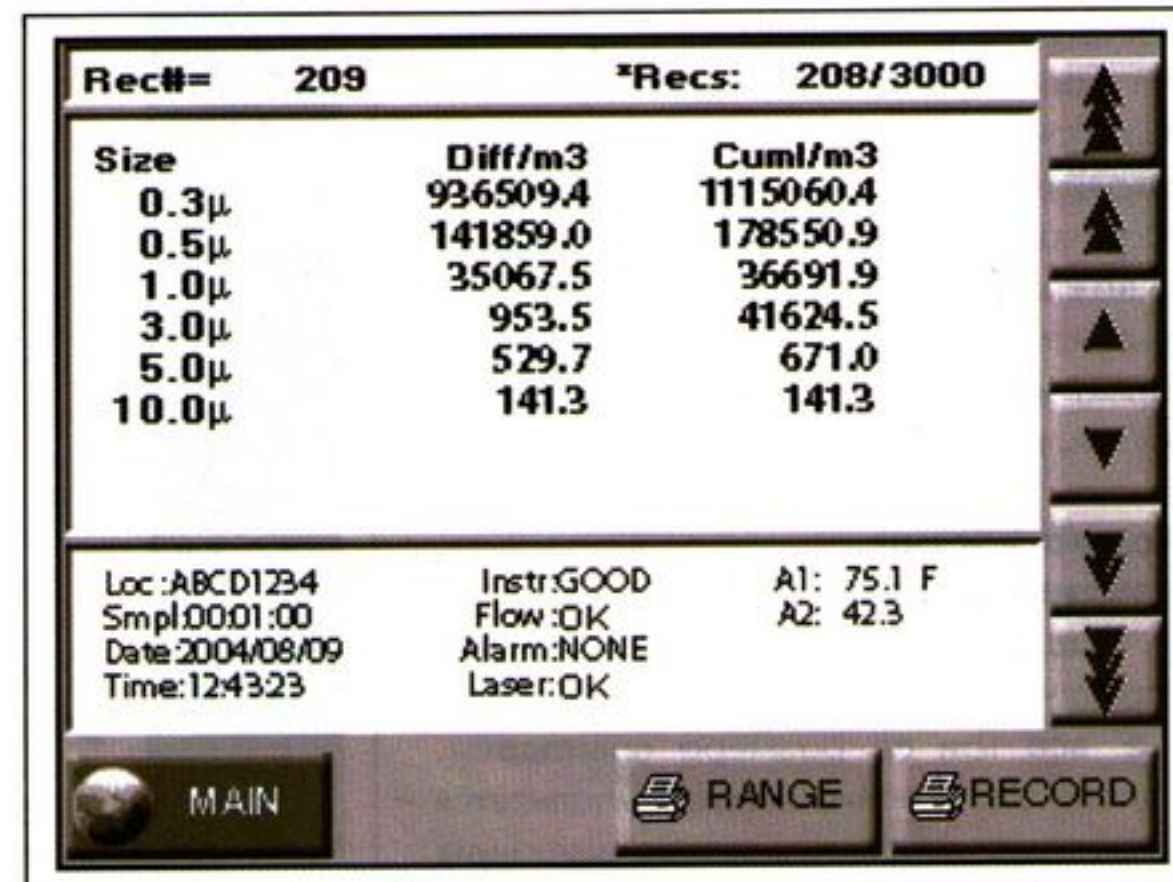


Рис. 3. Результаты измерений счётной концентрации частиц (в 1 кубическом метре), представленные в дифференциальном и интегральном виде (снимок с дисплея счётчика частиц Handheld 3016 производства компании Lighthouse)

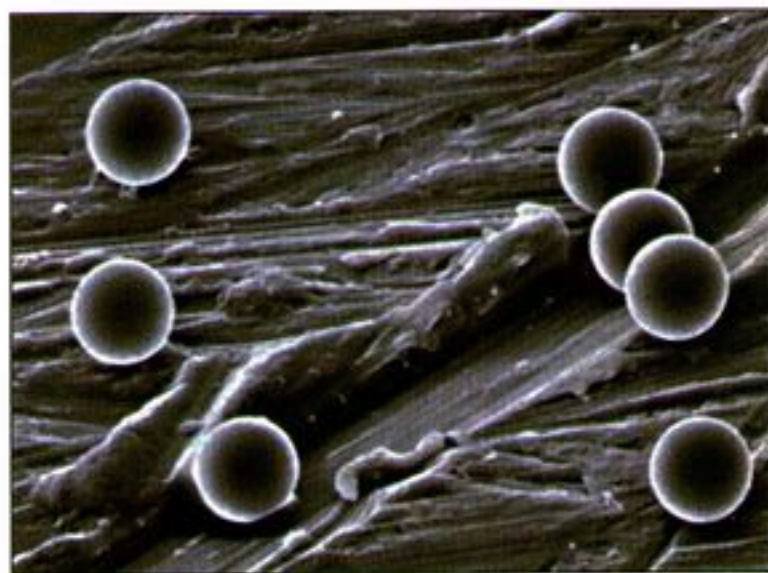


Рис. 4. Полученная на электронном микроскопе фотография монодисперсных частиц полистиролового латекса, осаждённых на подложку [3]

В дифференциальном режиме в каждом канале считаются только те импульсы, амплитуда которых превышает порог этого канала, но не превышает порог следующего. В этом случае число импульсов в канале будет соответствовать числу частиц определенного размерного диапазона.

3. Основные технические характеристики приборов

При выборе аппаратуры для контроля аэрозольных микрозагрязнений потребитель неминуемо сталкивается с проблемой сравнения нескольких моделей или даже типов приборов. Наиболее простой путь для решения такой задачи – сравнение их технических параметров.

Важнейшими характеристиками как счётчиков, так и спектрометров частиц аэрозолей являются:

чувствительность (минимальный измеряемый размер частиц) – для счётчиков частиц обычно колеблется в интервале от 0,5 мкм до 0,3 мкм; для некоторых целей (определение точки МППС, аттестация чистых помещений высоких классов) применяются лазерные счётчики частиц с чувствительностью в пределах от 0,1 мкм до 0,2 мкм. Рекордным значением чувствительности для ком-

мерчески доступных приборов является 0,05 мкм;

диапазон размеров измеряемых частиц – кроме уже рассмотренного минимального измеряемого размера частиц (чувствительности), включает верхний предел размеров измеряемых частиц, который обычно находится в диапазоне размеров от 10 до 25 мкм. Правда, следует оговориться, что, как правило, в последнем канале счетчика подсчитываются все частицы, размер которых превышает пороговое значение этого канала. При этом некоторые приборы имеют верхний порог размеров в 1, 2 или 3 мкм. Применение таких приборов во многих случаях нерационально (например, в фармацевтической промышленности, где требуется измерять количество частиц, размер которых превышает 5 мкм);

число каналов (размерных диапазонов), на которые делится весь диапазон размеров измеряемых частиц; как правило, численное значение – от 2 до 6 – 8 каналов; в некоторых случаях, требующих высокого разрешения по размерам, число каналов может достигать нескольких десятков;

скорость пробоотбора (выражается в единицах объема воздуха, прокаченного через прибор в единицу времени) – диапазон возможных значений от десятых долей литра (обычно – 0,28) до нескольких десятков (обычно – 28 или 56) литров в минуту. Это связано с тем, что в основе применявшейся ранее классификации чистых помещений (основывавшейся на американском стандарте 209) лежало число частиц в одном кубическом футе, что соответствует 28,3 литрам;

максимальная счётная концентрация, измеряемая прибором без предварительного разбавления связана со скоростью пробоотбора обратно пропорциональной зависимостью, поэтому приборы с высокой скоростью пробо-

отбора (28 л/мин и более) должны применяться только в чистых помещениях, а счётчики с относительно невысокой скоростью пробоотбора (порядка литра в минуту и менее) могут использоваться и при измерениях загрязнённости воздуха в бытовых помещениях или атмосферного воздуха. Обычно величина максимальной счётной концентрации в современных счётчиках и спектрометрах аэрозолей находится в пределах 15000 частиц/л. При необходимости измерений больших концентраций частиц на входе счетчика устанавливается разбавитель;

собственный фон прибора (zero count level) – число импульсов, фиксируемых прибором в течение заранее выбранного времени (или при прокачивании фиксированного объема воздуха) в условиях, когда на вход прибора подается очищенный воздух, не содержащий частиц аэрозолей с размерами, соответствующими его диапазону измерений. Таким образом, этот параметр характеризует число ложных срабатываний электроники прибора. Стандартной величиной собственного фона в счетчиках частиц считается <1 отсчёта/5 минут.

Для объяснения следующей характеристики рассмотрим подробнее процесс градуировки оптических счётчиков аэрозолей. Суть этой процедуры заключается в построении градуировочной кривой, т. е. зависимости амплитуды импульсов, возникающих при пролёте частиц через лазерный луч, от размера частицы.

Для этого к выходу электронного блока счётчика частиц аэрозолей подключают анализатор амплитуды импульсов, а на вход градуируемого прибора подают специальный монодисперсный аэрозоль, представляющий из себя твёрдые прозрачные сферические частицы глобулированного полистиролового

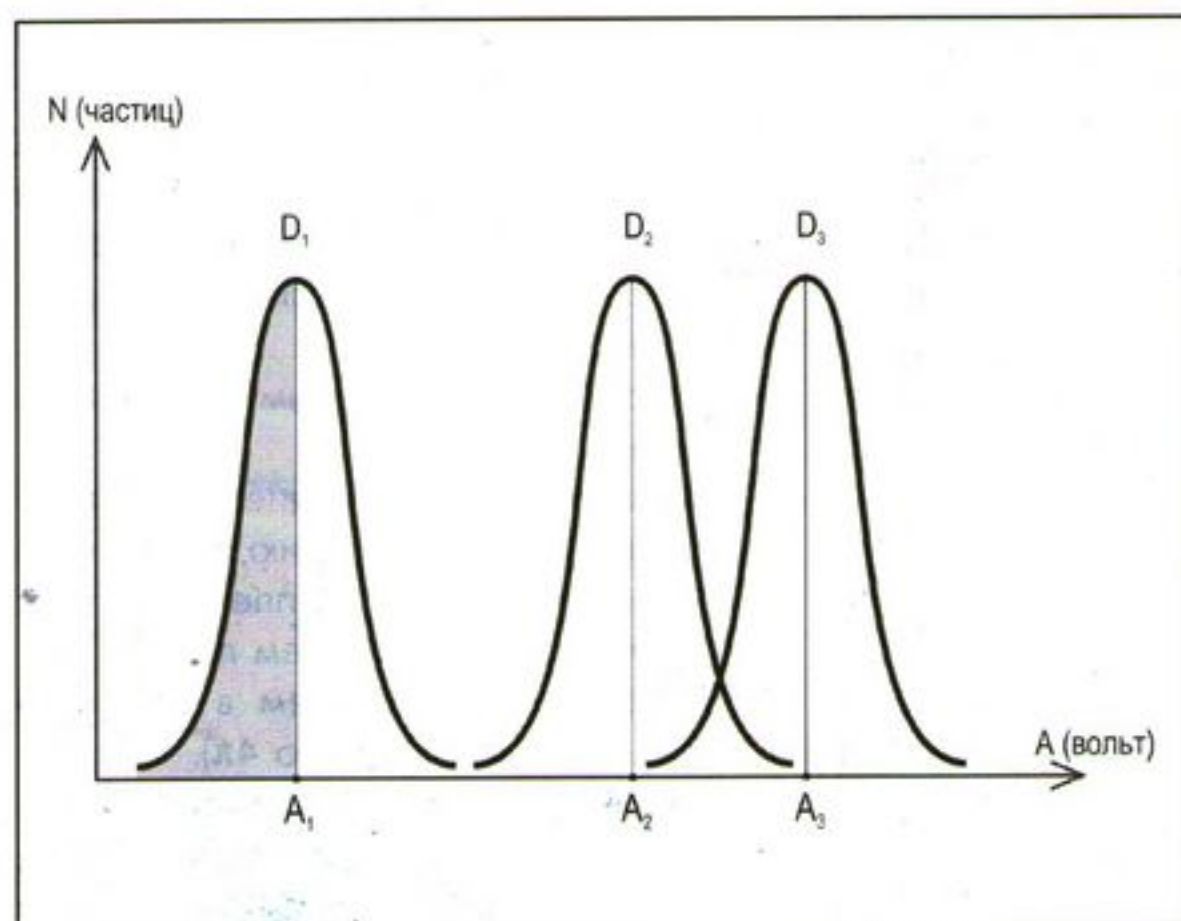


Рис. 5. Распределение по размерам монодисперсных частиц трёх различных диаметров

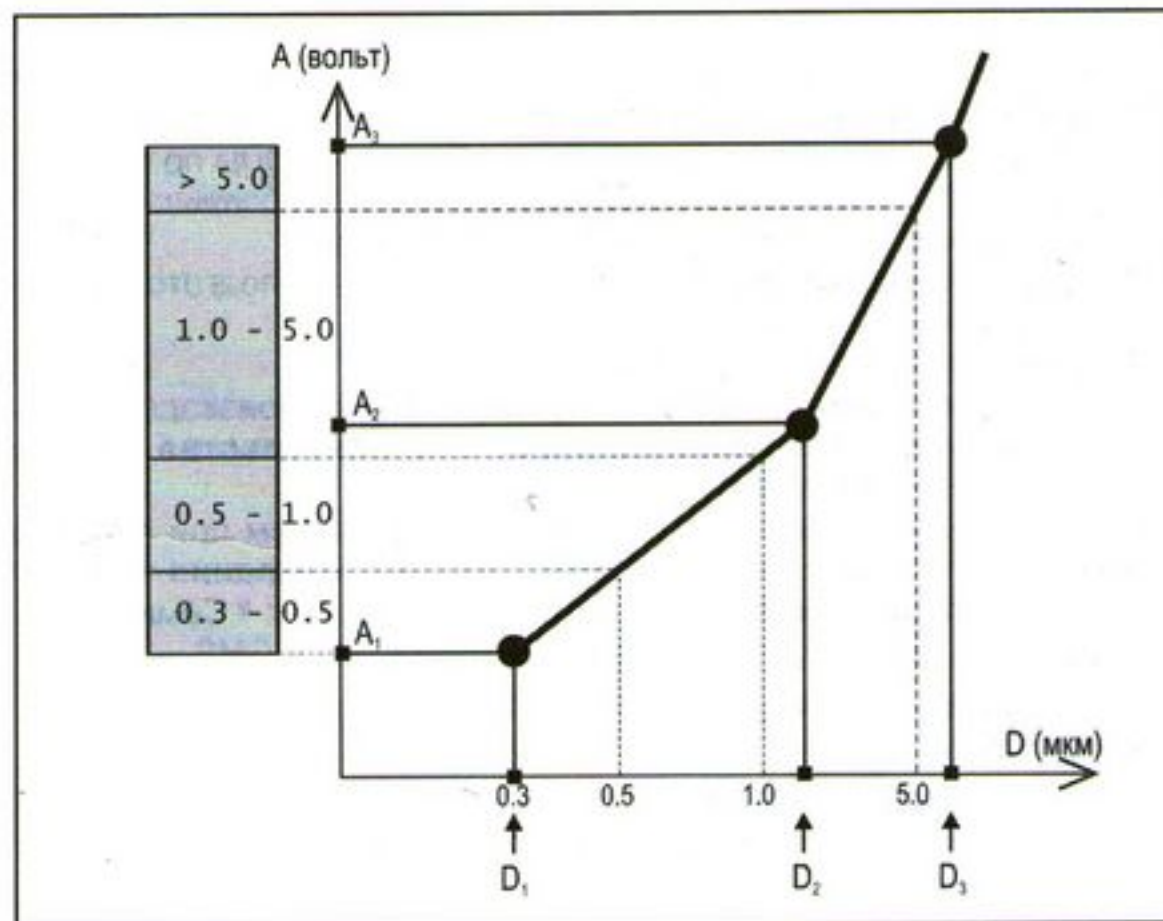


Рис. 6. Пример построения градуировочного графика по результатам измерения сигналов (см. рис. 5) от монодисперсных частиц трёх различных диаметров

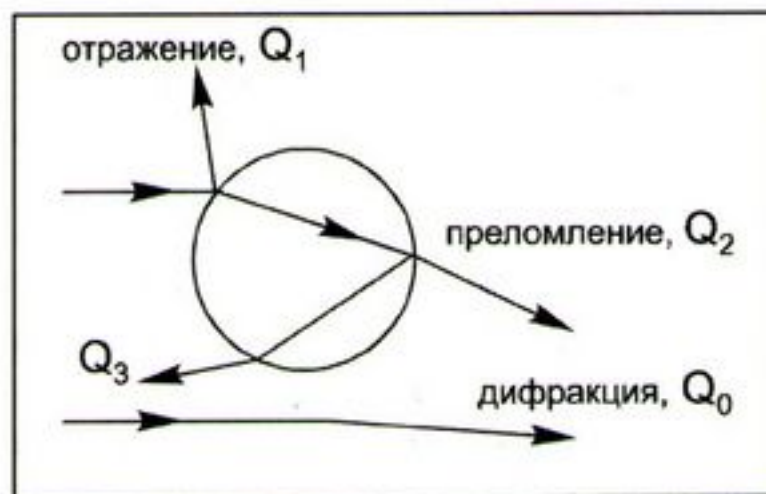


Рис. 7. Физические процессы, характерные для рассеяния света на сферической частице

латекса. Степень их монодисперсности очень высока (разброс размеров менее 5%), что можно оценить и по фотографии, сделанной с помощью электронного микроскопа (рис. 4). На экране амплитудного анализатора получается гауссовское распределение с чётко выраженным максимумом (см. рис 5), значение которого A_i сопоставляется с диаметром частицы D_i . Далее процедура повторяется для максимально возможного набора размеров монодисперсных аэрозолей. Результатом должен явиться график зависимости A_i от D_i (рис. 6), который и является градуировочным для данного конкретного прибора.

Обратим внимание на то, что за минимальный измеряемый размер частицы принимается именно максимум распределения. Таким образом, оказывается, что половина частиц, имеющих минимальный измеряемый размер, но лежащих на кривой распределения левее установленного порога, прибором не сосчитывается (см. для иллюстрации заштрихованную половину распределе-

ния частиц с D_1 на рис.5). Для того, чтобы охарактеризовать эту особенность аэрозольных приборов, была введена такая характеристика, как **эффективность счёта** (counting efficiency) частиц, под которой понимается отношение числа сосчитанных прибором частиц данного размера к полному числу частиц этого размера.

Понятие эффективности счёта обычно употребляется применительно к минимальному измеряемому размеру частиц. В стандарте ISO 14644-3 чётко указывается, что эффективность счёта частиц с размерами, соответствующими чувствительности приборов, должна быть не менее 50%.

Перечисленные характеристики аэрозольных оптических приборов являются основными, однако ими перечень параметров, которые необходимо знать для каждого применяемого в чистом помещении прибора, не исчерпывается.

4. Влияние геометрии рассеяния на характеристики прибора

Среди технических характеристик счётчиков и спектрометров аэрозолей, перечисленных выше и обычно указываемых в рекламе, проспектах или в описаниях, внимательному читателю может броситься в глаза отсутствие таких параметров, как погрешности измерений счётной концентрации и размеров частиц. Обычно они не приводятся и в документации на приборы (или их значения сопровождаются существенными оговорками). Конечно, это не случайность. Дело в том, что погрешность определения счётной концентрации

частиц оптическими счётчиками определяется не только максимальной счётной концентрацией и собственным фоном прибора (эти составляющие погрешности можно измерить довольно точно), но и погрешностью измерения размера каждой частицы. А точность измерения размера частицы очень сильно зависит в первую очередь от геометрии рассеяния излучения, а также от метода калибровки прибора и вида частиц, по которым проводилась калибровка, достоверности калибровки и некоторых других параметров.

Для пользователей приборов, очевидно, представляют интерес два вопроса – с чем связано и как проявляется это влияние (это важно понимать тем, у кого уже есть приборы) и как его учесть при выборе типа прибора. Постараемся ответить на эти вопросы.

В основе действия фотоэлектрических аэрозольных приборов лежит рассеяние излучения на отдельной частице.


Рассмотрим качественно происходящие при этом процессы (см. рис. 7). Часть попавшего на сферическую частицу светового потока отразится от её поверхности (Q_1), другая в процессе преломления пройдет через частицу и выйдет наружу (Q_2), изменив при этом своё направление. Незначительная доля излучения (Q_3), отразившись от поверхности раздела двух сред, образует т.н. радугу второго порядка, однако для простоты мы пренебрежём её рассмотрением. Наконец, часть излучения (Q_0) изменит направление своего распространения в результате дифракции.

Таким образом, световой поток, рассеянный под углом к направлению падающего на частицу света, складывается из отражённого, преломлённого и дифрагировавшего излучения. При этом интенсивность рассеянного частицей светового потока, падающего на фотоприёмник прибора, существенно зависит от угла, под которым расположен фотоприёмник, апертуры фотоприёмника, а также от вещества и формы аэрозольной частицы.

По используемой в приборах геометрии рассеяния все коммерчески доступные оптические аэрозольные счётчики и спектрометры частиц можно разделить на три группы:

- приборы с малоугловым рассеянием света;
- приборы, использующие рассеяние под углом к направлению падающего излучения (к этой группе относятся и приборы с рассеянием под 90°);
- приборы с рассеянием в большой телесный угол (от 2π до 4π).

Из рассмотренных выше характеристик процесса рассеяния света следует, что каждая из перечисленных групп имеет свои особенности, важные для потребителя.



СКИФ

GMP консалтинг • обучение • проектирование • аудит

Компания «СКИФ» более 7 лет успешно работает на рынке фармацевтического, пищевого и косметического производства. Основной миссией компании является внедрение требований GMP и разработка системы менеджмента качества ISO 9000 на российских предприятиях.

Под руководством нашей компании на производстве вводятся системы:

- **GMP-документации предприятия** (обеспечение предприятий Комплектом образцов общеорганизационных документов, включая СОПы по вопросам валидации, необходимые при сертификации на соответствие требованиям ГОСТ'a)
- **валидации производственных процессов**
- **внутреннего обучения** (квалифицированная подготовка и переподготовка производственного персонала)
- **самоинспекции, аудитов**
- проводится **подготовка к сертификации** производства по стандартам GMP/ISO, **сопровождение реконструкций и строительства** производственных объектов в соответствии с GMP

Обучение персонала является важнейшим условием при переходе на новые принципы деятельности предприятия. Именно поэтому компания «СКИФ» предлагает Вашему вниманию следующие способы открытого обучения: ▪ Семинары ▪ Консультации ▪ Индивидуальные практикумы по ключевым темам ISO и GMP

В зависимости от Вашего желания, обучение может проводиться в Москве или на Вашем предприятии.

Большой практический опыт наших сотрудников поможет Вам и Вашему предприятию сделать шаг к новому КАЧЕСТВУ!

123007 Москва, 2-ой Хорошевский проезд, д. 5 www.gmp-consult.ru
Тел./факс: (095) 941 5747, 941 1091, 775 4746 skif@gmp-consult.ru

В счётчиках и спектрометрах с малоугловым рассеянием света практически отсутствует зависимость результатов измерений от материала и формы частицы. Однако интерференция между дифрагированным и преломлённым потоками излучения приводит к появлению на калибровочной кривой так называемых осцилляций – мелкомасштабных выбросов и провалов, которые ухудшают точность и разрешающую способность измерений. Кроме того, технически трудно отделить малоугловое рассеяние от основного пучка света, что приводит к значительной паразитной засветке фотоприёмника и, следовательно, к ухудшению чувствительности. Приборы, использующие малоугловое рассеяние света, обычно имеют чувствительность 0,5 мкм и реже 0,3 мкм.

Приборы с рассеянием света под углом к оптической оси отличаются малой паразитной засветкой и, соответственно, хорошей чувствительностью. Многие фирмы – производители охотно выпускают приборы с такой геометрией рассеяния, особенно малогабаритные – так легче добиться хорошей чувствительности. Как правило, в рекламе не упоминается, что их показания очень сильно зависят от формы и вещества частиц: различие в амплитуде импульсов от частиц одинакового размера, но состоящих из различных материалов, может достигать одного – двух порядков. Особенно заметны отличия между поглощающими и прозрачными материалами, что может привести к серьёзным последствиям.

В качестве иллюстрации рассмотрим парадоксальный на первый взгляд факт, описанный в статье [4] – показания приборов АЗ-6 и фирмы Met One (США) при предварительной градуировке (т.е. при измерении размеров и концентрации монодисперсных прозрачных сферических частиц латекса) совпали, а при проведении аттестации одного и того же чистого помещения их результаты отличались в 5 – 7 раз! Для объяснения этого рассмотрим градуировочные характеристики прибора с параметрами, аналогичными прибору АЗ-6 (рассеяние на 90° и маленькая апертура фотоприёмника) для частиц с показателями преломления, равными $n = 1,8$; $1,46$ и $1,46 - 0,15i$. Результаты вычислений (рис. 8) показали, что амплитуда сигналов от реальных природных частиц¹ (а именно они, очевидно, измерялись при аттестации чистого помещения) примерно на порядок меньше, чем от прозрачных непоглощающих частиц, по которым проводилась градуировка. Таким образом, чувствительность прибора типа

АЗ-6 для прозрачных калибровочных частиц латекса действительно может быть равна паспортной величине 0,3 мкм (см. рис. 8), но в то же время чувствительность при измерении прозрачных частиц кварца при этом соответствует 0,45 мкм, а для поглощающих частиц кварца (песка) составляет 1,4 мкм!

С другой стороны, приборы Met One имеют большую апертуру фотоприёмника и захватывают рассеяние в диапазоне углов от 35° до 110° . Это позволяет как сгладить колебания градуировочной кривой, вызываемые неравномерностью индикатрисы рассеяния, так и уменьшить различие между поглощающими и непоглощающими частицами. В этом случае различие между градуировкой, проведенной по аэрозолям латекса, и реальными частицами хотя и остается, но уже не выглядит столь устрашающе.

Из рассмотренного примера наглядно видны преимущества приборов третьей группы – счётчиков и спектрометров с большими углами рассеяния (обычно телесные углы в 2π и 4π стерадиан). При такой геометрии рассеяния зависимость от материала (для прозрачных частиц) и от формы частиц практически отсутствует, так как перераспределение рассеяния в пространстве не сказывается на интегральной интенсивности попадающего на фотоприемник светового потока. И хотя сохраняются некоторые различия между поглощающими и непоглощающими частицами, в целом характеристики приборов такого типа наиболее оптимальны для большинства применений. Именно такую геометрию рассеяния имеют большинство современных счетчиков частиц. К сожалению, оптические схемы с рассеянием в большой телесный угол довольно сложны, что сказывается на цене приборов.

В заключение отметим, что большинство оптических счётчиков аэрозолей измеряют частицы размерами до 10 – 25 мкм, однако существуют и специализированные приборы такого же типа с диапазоном измерений до 100 – 200 мкм. Следует помнить, что для измерения счётной концентрации макрочастиц с размером более 5 мкм можно использовать и традиционный метод подсчёта количества и определения размера частиц в поле зрения оптического или электронного микроскопа. Для проведения подобных измерений частицы седиментационно осаждаются на контрольную пластину или фильтр либо принудительно осаждаются на фильтр при прокачке через него анализируемого воздуха. При собственно измерениях можно использовать как традиционные оптические

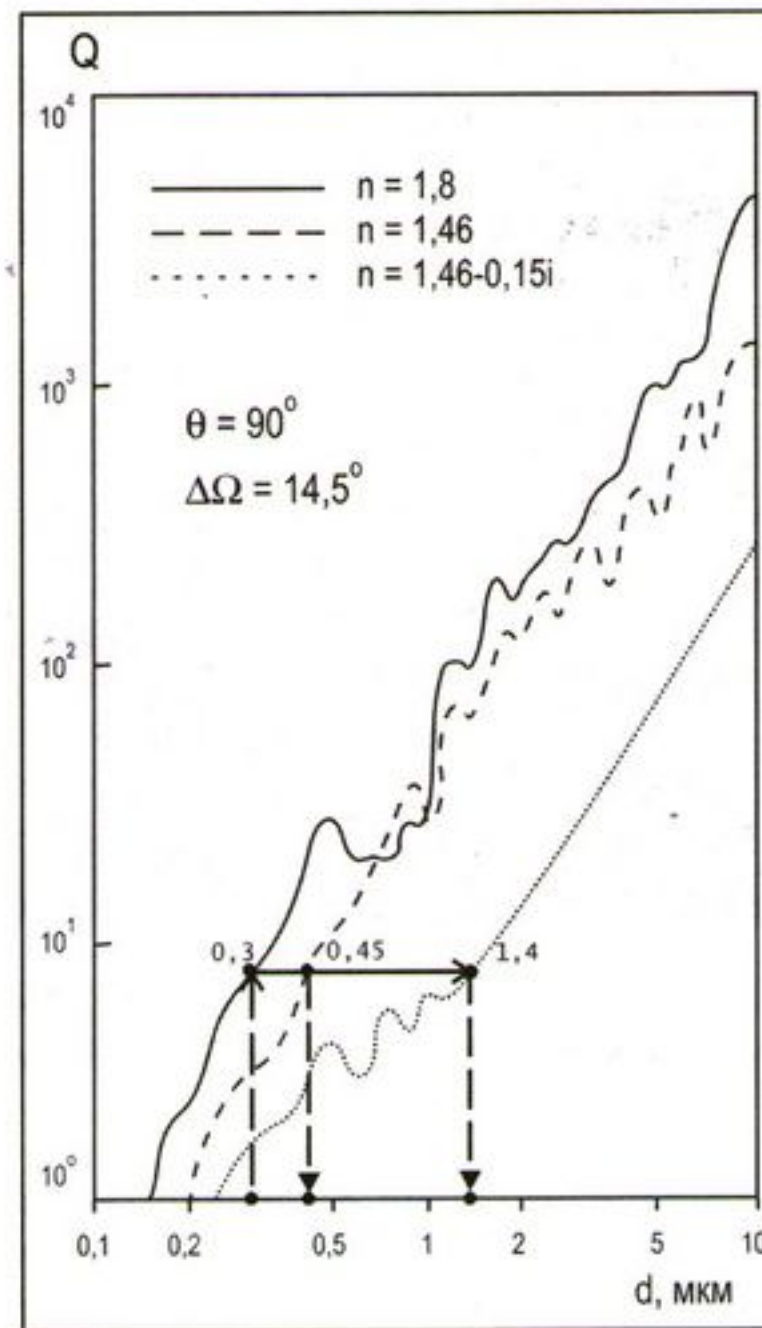


Рис. 8. Зависимость коэффициента рассеяния Q от диаметра d частиц из различных веществ

кие и электронные микроскопы, так и проекционные системы и автоматизированные средства телевизионной обработки сигнала и анализа изображений осажденных частиц.

Наряду с перечисленными методами и средствами измерений счётной концентрации аэрозолей в воздухе чистых помещений, допускается использовать другие сопоставимые по точности методы и средства измерений счётной концентрации аэрозолей, например, аэродинамические измерители размеров частиц, дифракционные измерители спектра размеров частиц, лазерные доплеровские анализаторы и др., однако их рассмотрение выходит за рамки этой статьи.

Литература

- ГОСТ ИСО 14644-1-2002. Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1: Классификация чистоты воздуха.
- Whytby K. T. Atmospheric Environment, 1978, 12, pp. 135-159.
- Griffiths W. D., Iles P. J., Vaughan N. P. Calibration of APS 33 Aerodynamic Particle Sizer and Its Usage. TSI Journal of Particle Instrumentation, 1986, № 1, pp.1-9.
- Гайдуков А.Д., Александров С.А. Чистые помещения для космической техники. «Технология чистоты», 1997, № 1, стр. 20-22.

¹ Показатель преломления $n=1,46$ соответствует чистому (прозрачному) кварцу, а коэффициент $n = 1,46 - 0,15i$ соответствует природному кварцевому песку. Остается напомнить, что измерения проводились на объекте, расположенном в Байконуре.