

Kalibrering utav Partikelräknare enligt Nya ISO 21501-4 Standarden

I Maj 2007 utkom en ny standard för kalibrering utav partikelräknare, ISO 21501-4. Den ersätter tidigare ISO Standarden ISO 13323-1:2000. Det är dock inte förräns i år som standarden har börjat uppmärksammas på allvar och användare utav partikelräknare har börjat ställa krav på att deras partikelräknare ska kalibreras enligt den nya standarden.

Den här artikeln kommer att förklara hur en partikelräknare detekterar partiklar och vilka krav som nu ställs i den nya ISO standarden.

Introduktion

Partikelräknare används inom många olika områden som tex Life Science, halvledar, fordon & rymdinsustrin. Alla använder partikelräknaren som ett verktyg för att verifiera att luften i den miljön som deras produkter tillverkas i är tillräckligt ren för att uppfylla både myndighetskrav och egna ställda krav. ISO 14644-1 är en standard som alla som använder en partikelräknare stödjer sig emot för att kunna klassificera sitt renrum.

I den står testmetoden beskriven samt hur man räknare ut vilken ISO klass som renrummet håller. I standarden så finns också en kort beskrivning som säger att instrumentet som används för att påvisa att renrummet håller en viss renhetsklass ska vara kalibrerat. Fram tills att den nya ISO21501-4 trädde i kraft så var kalibreringsrutinen från tillverkarna ofta en sammanslagning utav flera olika standarder som beskrev hur en partikelräknare skulle kalibreras.

Det gjorde att tillverkarna ofta tolkade standarderna lite olika och kalibrerade partikelräknarna olika. Det gav resultatet att partikelräknare av olika tillverkare och till och med partikelräknare av samma tillverkare och modell räknade olika antal partiklar. Den nya ISO 21501-4 kalibreringstandardens försöker att minimera differensen mellan olika partikelräknare.

Hur fungerar en partikelräknare?

Man brukar lite skämtsamt säga att en partikelräknare inte räknare partiklar utan den räknare ljusstrålar som omvandlas till elektriska pulser. Sanningen ligger någonstans mitt emellan. En partikelräknare består i grova drag utav följande komponenter:

- Provtagningsmunstycke
- Inlet Jet
- Laserdiod
- Optik
- Fotodetektor

- Vakuumpump

För att en partikel i luften ska kunna detekteras och räknas i en partikelräknare så sker följande händelseförlopp i instrumentet:

1. Vakuumpumpen suger in luft med ett konstant flöde utav tex 28,3L/min.
2. Luften sugas in genom provtagningsmunstycket.
3. Luften passerar Inlet Jet delen som har till uppgift att styra luften så att den passerar rakt igenom laserstrålen som genereras utav laserdioden.

”We shall relieve our customers from the burden of compliance”

4. När en partikel passerar laserstrålen så sprids ljus som fångas upp utav optiken som består utav paraboliska speglar
5. Spegelarna styr ljuset mot en fotodetektor som omvandlar ljuset till en elektrisk puls.
6. Beroende på hur mycket ljus som sprids så blir den elektriska pulsen olika stark.
7. Den registrerade pulsen sorteras sedan in i olika virtuella storlekskanaler och

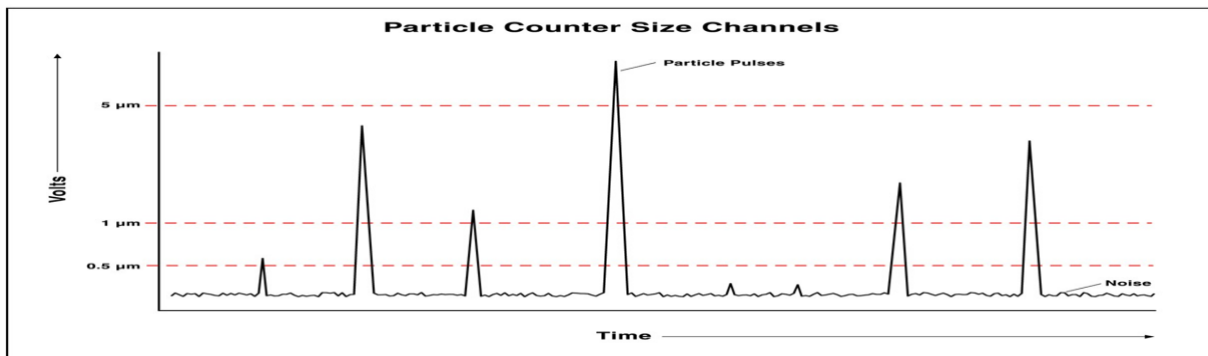


Bild . Elektriska pulser infördelade i olika virtuella partikelstorlekskanaler.

Hur vet då partikelräknaren hur den ska sortera in dom olika elektriska pulserna i dom olika storlekskanalerna?

För att veta hur stark puls, en viss partikelstorlek genererar så använder man sig utav latex partiklar. Dessa levereras på flaskor där storleken i diameter på latex partikeln garanteras till den angivna storleken $\pm 0,02\mu\text{m}$ för tex en $0,5\mu\text{m}$. Varje flaska leveras med certifikat där spårbarhet till NIST intygas.

Latexpartiklarna är i det närmaste perfekt sfäriska och genererar en repeterbar elektrisk puls. Partiklarna introduceras i partikelräknaren i en kalibreringsstation där en konstant ström utav partiklar kan uppnås. En konstant signal erhålls från dom introducerade partiklarna och partikelräknaren kan justeras så att så fort den ser en puls från en partikel under en vanlig renrumsmätning som motsvarar pulsen från en $0,5\mu\text{m}$ latex partikel så sorteras den in i $0,5\mu\text{m}$ partikelkanalen.

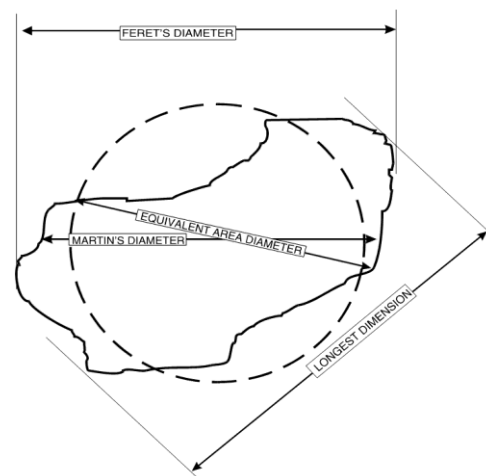


Bild. Partikelstorlek beroende på hur man mäter den.

I det verkliga livet så är partiklarna inte gjorda utav latex och dom är inte perfekt sfäriska. Partikeln kan ha många olika former och beroende på vilket material den är gjord utav så sprider den olika mycket ljus. Den kommer också att sorteras in i olika storlekskanaler beroende på hur den passerar genom laserdiodens stråle.



- Provtagningsflöde
- Provtagningsstid
- Responseeffektivitet
- Kalibreringsintervall
- Certifikat

Kalibrering utav partikelstorlekar

Storlekskalibreringen ska ske med hjälp utav mono dispergerade sfäriska partiklar med en känd medel partikelstorlek tex Polystyrene Latex partiklar. Dessa ska vara spårbara till en internationell standard och där noggrannheten på medel partikelstorleken är $\leq \pm 2,5\%$.

Partikelstorleken bestäms genom att hitta medianen på pulshöjden som den specifika kalibreringspartikeln genererar. Hälften utav partiklarna ska sedan hamna i partikelstorlekskanalen under den valda partikelstorleken och hälften ska hamna i den faktiska partikelstorleken kanal. Detta kan justeras genom att ändra på digitala gränsvåer i partikelräknaren.

Bild. Partiklar i olika former

Den svåra uppgiften för partikelräknaren är att den ska ange storleken med ett storlekstal. Vilket mått ska den då använda, längden, bredden, diagonalen eller tjockleken? Svaret blir att den registrerar och storlekssorterar partikeln efter vilken elektrisk puls den genererar när den passerar laserstrålen.

I bild 1 ovan så ser man att det registreras totalt 8 st kurvor som kommer från partiklar. Dessa kommer att räknas in en partikelräknare enligt följande:

μm	Δ	Σ
0,5	1	6
1,0	4	5
5,0	1	1

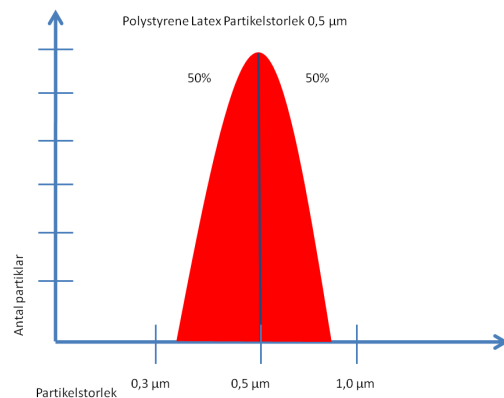
Tabell. Registrering utav partiklar i partikelräknare.

Man kan alltså se att trots att det var totalt 8 st partiklar som gav en elektrisk puls så var det bara 6 st som faktiskt räknades i partikelräknaren. Dom två som inte räknades gav en för svag elektrisk puls för att bryta igenom dom virtuella kanaler som finns i partikelräknaren och därmed räknas som en partikel.

Vad säger då ISO21501-4 om kalibrering utav partikelräknare?

Följande punkter nämns i standarden:

- Kalibrering utav partikelstorlekar
- Verifiering utav storlekskalibreringen
- Kvantifieringsnoggrannheten
- Storleksupplösning
- Detektion utav falska partiklar
- Max partikelkoncentration



Verifiering utav Storlekskalibreringen

Partikelräknaren ska kunna storleksbestämna alla partikelstorlekar som finns specificerade utav tillverkaren med en noggrannhet på $\leq \pm 10\%$.

Minst 3 st partikelstorlekar ska testas och en jämförelse mellan tillverkarens rapporterade kalibreringskurva och det faktiska uppnådda resultatet ska göras där resultaten infogas i en ekvation där det faktiska partikelstorleksfelet kan

”We shall relieve our customers from the burden of compliance”

räknas ut. Resultaten från kalibreringspartiklarna ska erhållas genom att repetera samma metod som vid kalibrering utav instrumentet.

Kvantifieringsnoggrannhet

Partikelräknaren ska utsättas för två st partikelstorlekar för att bestämma dess förmåga att kunna räkna antalet partiklar. Den första storleken ska vara instrumentets minsta detekterbara partikelstorlek och den andra ska vara minst 1,5-2 gånger större än den minsta detekterbara storleken. Antalet partiklar mäts genom att introducera partiklar med dessa två storlekar till ett referensinstrument och det instrumentet som ska kalibreras.

Antalet partiklar detekterat utav partikelräknaren som ska kalibreras ska vara $50\% \pm 20\%$ vid den minsta detekterbara partikelstorleken och $100\% \pm 10\%$ vid partikelstorleken som är 1,5-2 gånger större än den minsta detekterbara partikelstorleken. Partikelkoncentrationen som tillförs båda instrumentet ska vara $\leq 25\%$ utav instrumentens maxkoncentration.

Storleksupplösning

Instrumentets förmåg att särskilja på olika partikelstorlekar testas genom att välja den partikelstorleken som anges utav tillverkaren.

Storleksupplösningen ska vara $\leq 15\%$ för den utvalda partikelstorleken.

Detektion utav falska partiklar

Verifierar att partikelräknaren inte är kontaminerad utav partiklar inuti optiken och att den klarar av att generera låga värden utav partiklar/m³ luft när den utsätts för en partikelfri luftström. 95% konfidensintervall appliceras för både en nedre och övre nivå utav partiklar på den minsta detekterbara partikelstorleken.

Max koncentration utav partiklar

Partikelräknarens högsta koncentration utav partiklar som den klarar av att noggrant kvantifiera ska specificeras utav tillverkaren. Koncentrationen ska anges vid en nivå där det är 10% chans att flera

partiklar befinner sig i laserstrålen samtidigt och räknas som en stor partikel(Coincidence error).

Provtagningsflöde

Luftflödet genom partikelräknaren ska ha en noggrannhet på $\pm 5\%$. Kontrollen utav luftflödet ska ske med ett kalibrerat flödes instrument som har ett lågt tryckfall. Om partikelräknaren inte har en inbyggd flödeskontroll så gäller inte detta kravet. Dock så måste tillverkaren utav instrumentet specificera gränserna för ett tillåtet flöde.

** Alla partikelräknare som tillverkas idag har en inbyggd flödeskontroll och merparten utav dom partikelräknare som används idag har det också, endast väldigt gamla partikelräknare kan sakna en sådan funktion.*

Provtagningstid

Partikelräknarens provtagningstid ska vara noggrann till $\pm 1\%$ utav den inställda tiden. Verifiering utav provtagningstiden ska göras med ett kalibrerat tidtagarur. Även här finns det ett undantag om partikelräknaren inte kan kontrolleras via tid.

Responseffektivitet

Om en partikelräknare utsätts för en hög partikelkoncentration under en längre tid och flödet genom partikelräknarens optik är dålig så kan partiklar över tid sedimentera och orsaka oönskade partikelutslag.

Partikelräknaren ska utsättas för en partikelkoncentration nära dess max koncentrationsnivå . Partikelstorleken ska vara så när den minsta detekterbara partikelstorleken för instrumentet och minst 1000 partiklar måste detekteras. Efter 10 min startas provtagningen utav partiklar i minst 60 sekunder.

Ren luft ska sedan introduceras i partikelräknaren. Efter 10 sekunder med renluft så startas en ny provtagning om 60 sekunder. Förhållandet mellan partiklar före och efter det att den rena luften har provtagits ska vara $\leq 0,5\%$.

Kalibreringsintervall

”We shall relieve our customers from the burden of compliance”

Partikelräknaren ska kalibreras minst 1 gång/år.

Kalibreringscertifikat

Följande minimum krav gäller för ett kalibreringscertifikat:

- Datum när kalibreringen utfördes
- Vilka partikelstorlekar har instrumentet kalibrerats för
- Vilket flöde har använts
- Noggrannheten på partikelstorleksupplösningen(*gäller för den partikelstorlek som användes vid utförandet utav det specifika tester*)
- Kvantifieringsnoggrannheten utav partiklar
- Nivån för detektion utav falska partiklar
- Om en inbyggd pulshöjdsanalysator har använts så ska dess inställda voltsignal anges.

Sammanfattning

Den nya ISO standarden för kalibrering utav partikelräknare ställer högre krav på dom som kalibrerar partikelräknare och ger samtidigt en mer överskådlig bild över vad som egentligen utförs vid kalibreringen. Detta gör att olika instrument lättare kan jämföras när det gäller dess förmåga att noggrannt detektera och kvantifiera partiklar.

Om du vill att Brookhaven Instruments ska kalibrera din partikelräknare enligt den nya ISO 21501-4 standarden så kan du kontakta oss på:

Brookhaven Instruments AB

Tele: 08-447 16 75

E-mail: Info@brookhaven.se

Referensmaterial

- ISO 14644-1, *Cleanrooms and associated controlled environments — Part 1: Classification of air cleanliness.*
- ISO 21501-4, *Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods-Part 4:Light scattering airborne particle counter for clean spaces*

”We shall relieve our customers from the burden of compliance”