

## **О ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ И СВЯЗАННЫХ КОНТРОЛИРУЕМЫХ СРЕД К ГОСУДАРСТВЕННЫМ ПЕРВИЧНЫМ ЭТАЛОНАМ**

**М.В. Балаханов**

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская область*

*Рассмотрены вопросы обеспечения единства измерений как общих, так и специальных параметров чистых помещений и технологических сред. Использование при сдаче-приемке продукции средств измерений, прослеживаемых к государственным первичным эталонам, сможет обеспечить доказательство соответствия предъявляемым требованиям самих чистых помещений, как изделий или производств, так и изготавливаемой в них высокотехнологичной продукции. Приводится информация о контролируемых в чистых помещениях величинах, государственных поверочных схемах, включающих средства измерений этих величин и государственных первичных эталонах, возглавляющих соответствующие поверочные схемы.*

*The issues of ensuring the uniformity of measurements of both common and special parameters of clean rooms and process environments are considered. Use at delivery and acceptance of production of the measuring instruments traced to the State primary standards will be able to provide the proof of compliance to specified requirements of clean rooms, both products or productions, and the hi-tech production made in them. Provides information on the parameters, measured or controlled in the clean rooms, on the state verification schemes and including in it's means of measurements of these quantities and on the State primary standards, heading the relevant verification scheme.*

*Ключевые слова: чистые помещения, контролируемые среды, государственные первичные эталоны, прослеживаемость.*

*Key words: clean facilities, controlled environments, state primary standard, traceability.*

Выполнение научных исследований высокого уровня, создание и выпуск современной высокотехнологичной продукции невозможны без минимизации воздействия внешних влияющих факторов и контроля степени этого воздействия. Достичь минимизации воздействия во многом удастся отделением чувствительных физических процессов или явлений, технологических переделов от влияющих факторов и, прежде всего, от внесения механических, биологических и прочих примесей с помощью совокупности специальных мер, средств, технологических приемов, оборудования, помещений, зданий, сооружений и технологической культуры, в комплексе называемой технологией чистых помещений и связанных с ними контролируемых сред [1, 2]. Классическое определение чистого помещения дано В. Уайтом – «это

*Альманах современной метрологии, 2018, № 14*

помещение, в котором контролируется счетная концентрация аэрозольных частиц, и которое построено и *используется* так, чтобы свести к минимуму поступление, генерацию и накопление частиц внутри помещения, и в котором, при необходимости, контролируются другие параметры, например, температура, влажность и давление» [2]. Это определение почти не отличается от самого последнего по времени, данного в ГОСТ ИСО 14644-1 (дополнительно в определение введены слова, выделенные курсивом).

Первой областью применения этой технологии, была медицина. Медики первыми поняли, что при проведении полостных операций во избежание заражения пациента микроорганизмами необходимо изолировать зону операции от притока воздуха извне [2].

Развитие полупроводникового производства во второй половине прошлого столетия, борьба за увеличение выхода годных изделий остро поставили проблему выработки требований, технических условий, а затем и стандартов для среды, в которой создаются изделия полупроводниковой и микроэлектронной промышленности, для чистых зон и чистых помещений [3–4]. Второй областью, требовавшей скорейшего развития технологии чистых помещений, была область медицины и фармпроизводств [5–7]. Далее практически все высокотехнологичные отрасли промышленности стали использовать технологию чистых помещений.

В настоящее время можно назвать следующие области применения чистых помещений.

1. Микроэлектроника.
2. Космическая промышленность.
3. Приборостроение и оптика.
4. Машиностроение.
5. Больницы.
6. Производство продуктов питания.
7. Фармацевтика.
8. Производство косметики.
9. Производство медицинских изделий.
10. Научные исследования и др.

Обеспечение чистоты является сложной многопараметрической задачей, которая охватывает весь технологический комплекс от специальной конструкции здания и технологии его возведения, проектирования и методов запуска специального технологического оборудования до технологии обеспечения чистоты в непосредственном производственном цикле.

Идеология поддержания и контроля требуемого уровня чистоты в непосредственном производственном цикле опирается на строгое соблюдение

стандартов и технологической культуры, внедрение принципов Систем менеджмента качества, GMP, GLP и т.п. [4–8] и требует целевого обучения персонала.

Стандартизация высоких технологий чистых помещений и мониторинга чистоты проводилась во всех промышленно развитых странах, в том числе и в СССР. Федеральный стандарт США, первая версия которого FED-STD-209A появилась в 60-е годы, и его последняя редакция FED-STD-209E «Airborne Particulate Cleanliness Classes in Cleanrooms and Clean Zones» [4] получил признание во всем мире. В СССР существовало только несколько отраслевых стандартов на чистые производства, взаимно мало согласованные. Первый Российский стандарт по чистым помещениям разрабатывался в течение нескольких лет коллективом ведущих специалистов различных отраслей промышленности с активным участием ФГУП «ВНИИФТРИ». Этот стандарт был утвержден Госстандартом России в 1995 году как ГОСТ Р 50766-95 «Помещения чистые. Классификация. Методы аттестации. Основные требования» (заменен на ГОСТ ИСО 14644-1:2017). К настоящему времени в мире существует более 300 национальных стандартов и других нормативных документов по высоким технологиям чистых помещений и мониторингу чистоты. Это огромный багаж знаний, опыта, рекомендаций и в то же время это обширнейшее поле конфликтов различных методов и подходов к решению конкретных задач в конкретных условиях. Потребность в разработке международных стандартов и гармонизации с ними национальных очевидна.

Первые шаги гармонизации стандартов разных стран были сделаны в ограниченном регионе – в странах Европейского сообщества в рамках Европейской организации по стандартизации CEN. Затем эту работу повела ИСО – Международная организация по стандартизации. Усилиями специалистов промышленно развитых стран ведется разработка целого семейства международных стандартов по чистым помещениям. Её ведет в рамках Международной организации по стандартизации (ИСО) Технический комитет ИСО/ТК 209 «Чистые помещения и связанные контролируемые среды» (ISO/TC209 Cleanrooms and associated controlled environments). В настоящее время разработаны следующие стандарты (см. табл. 1).

Таблица 1

**Стандарты, разработанные Техническим комитетом ISO/TC 209  
«Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды»**

Номер документа и год утверждения или обновления	Краткое наименование
ISO 14644-1:2015	Classification of air cleanliness by particle concentration
ISO 14644-2:2015	Monitoring to provide evidence of cleanroom performance related to air cleanliness by particle concentration
ISO 14644-3:2005 очередная редакция – в стадии разработки	Test methods
ISO 14644-4:2001	Design, construction and start-up
ISO 14644-5:2004	Operations
ISO 14644-6:2007 - изъят	Vocabulary
ISO 14644-7:2004	Separative devices (clean air hoods, gloveboxes, isolators and mini-environments)
ISO 14644-8:2013	Classification of air cleanliness by chemical concentration (ACC)
ISO 14644-9:2012	Classification of surface cleanliness by particle concentration
ISO 14644-10:2013	Classification of surface cleanliness by chemical concentration
ISO/FDIS 14644-12 в стадии разработки	Specifications for monitoring air cleanliness by nanoscale particle concentration
ISO 14644-13:2017	Cleaning of surfaces to achieve defined levels of cleanliness in terms of particle and chemical classifications
ISO 14644-14:2016	Assessment of suitability for use of equipment by airborne particle concentration
ISO 14644-15:2017	Assessment of suitability for use of equipment and materials by airborne chemical concentration
ISO/DIS 14644-16 в стадии разработки	Code of practice for improving energy efficiency in cleanrooms and clean air devices
ISO 14698-1:2003	Biocontamination control -- Part 1: General principles and methods
ISO 14698-2:2003	Biocontamination control -- Part 2: Evaluation and interpretation of biocontamination data
ISO 14698-2:2003 - исправления	Cor 1:2004

### **Классификация чистых помещений**

Как национальные, так и международные стандарты по чистым помещениям, определяют в качестве основного параметра, определяющего класс

чистоты помещения, счетную концентрацию аэрозольных частиц определенных размеров в единичном объеме воздуха; чистым помещением называют помещение, в котором счетная концентрация аэрозольных частиц и, при необходимости, число микроорганизмов в воздушной среде поддерживаются в пределах не выше заданного, соответствующего определенному классу чистоты, а под аттестацией чистого помещения понимают процедуру проверки соответствия фактического значения счетной концентрации частиц в воздухе и, при необходимости, других его параметров установленным нормам. Чем выше технологический уровень производства, тем более жесткие требования предъявляются к запыленности воздуха чистых помещений. Для доказательства соответствия чистого помещения предъявляемым требованиям проводится его экспериментальное подтверждение с оформлением документов. Такая проверка может называться аттестацией, валидацией, квалификацией, сертификацией или другим термином с тем же содержанием, определяемым методикой проверки.

Таблица 2

Предельные значения счетной концентрации частиц для соответствующих классов чистоты ИСО по стандарту ИСО 14644-1:2017

Класс N ИСО	Предельные значения максимальной концентрации (число частиц в м <sup>3</sup> воздуха) для частиц различных представленных ниже размеров					
	≥ 0,1 мкм	≥ 0,2 мкм	≥ 0,3 мкм	≥ 0,5 мкм	≥ 1 мкм	≥ 5 мкм
1 ИСО	10 <sup>b</sup>	d	d	d	d	e
2 ИСО	100	24 <sup>b</sup>	10 <sup>b</sup>	d	d	e
3 ИСО	1000	237	102	35 <sup>b</sup>	d	e
4 ИСО	10 000	2 370	1 020	352	83 <sup>b</sup>	e
5 ИСО	100 000	23 700	10 200	3 520	832	d, e, f
6 ИСО	1 000 000	237 000	102 000	35 200	8 320	293
7 ИСО	c	c	c	352 000	83 200	2 930
8 ИСО	c	c	c	3 520	832 000	29 300
9 ИСО <sup>g,1</sup>	c	c	c	35 200 000	8 320 000	293 000

<sup>a</sup> Все концентрации в таблице являются кумулятивными, например, для класса 5 ИСО число 10200 частиц/м<sup>3</sup> для порогового размера 0,3 мкм включает все частицы, размеры которых равны или превышают это значение.

<sup>b</sup> При этих концентрациях объем пробы, необходимый для классификации, становится слишком большим и может применяться последовательный отбор проб (приложение D).

<sup>c</sup> В этой части таблицы пределы концентрации частиц, не устанавливающих ввиду их очень высоких значений.

<sup>d</sup> Классификация не предусматривается из-за ограничений, связанных с отбором проб и статистическим анализом при малых концентрациях частиц.

<sup>e</sup> Классификация не предусматривается из-за ограничений на время отбора проб как при низких концентрациях частиц, так и при размерах частиц более 1 мкм из-за возможности потери частиц в системе отбора проб.

<sup>f</sup> Для этих размеров частиц при классе 5 ИСО может использоваться дескриптор макро-частиц (М дескриптор) совместно по крайней мере с одним из других размеров частиц (см. п. С.7 текста стандарта).

<sup>g</sup> Этот класс может быть задан только для эксплуатируемого состояния.

При аттестации чистых помещений на соответствие вышеуказанным классам чистоты и при текущем контроле основным параметром является счетная концентрация и проверяется, прежде всего, фактические значения счетной концентрации частиц заданных размеров. Вместе со счетной концентрацией проверяется на соответствие или ведется мониторинг ряда других параметров, всего до полутора десятков.

В таблице 3 приведен перечень измеряемых величин или контролируемых параметров на разных этапах создания и функционирования чистых помещений вместе с номером государственного стандарта на государственную поверочную схему и номером государственного первичного эталона, возглавляющего соответствующую поверочную схему.

Таблица 3

Наименование параметра	Оценка соответствия («+» – проводится, «-» – не проводится) при:			Средства метрологического обеспечения	
	аттестации		текущем контроле (мониторинге)	ГОСТ на ГПС	Номер первичного эталона единиц
	первичной	периодической			
Счетная концентрация	+	+	+	ГОСТ 8.606-2012	ГЭТ 163-2010
Скорость воздушного потока	+	+	-	ГОСТ 8.542-86	ГЭТ 150-2012
Однородность скорости воздушного потока	+	-	-	Задается ТУ или ТЗ	
Время восстановления счетной концентрации до исходного уровня после кратковременного превышения допустимого значения	+	-	-	ГОСТ 8.606-2012	ГЭТ 163-2010
Однонаправленность воздушного потока	+*	-	-	Задается ТУ или ТЗ	

Продолжение таблицы 3

Избыточное давление воздуха, разность давлений	+	+	+	ГОСТ Р 8.618-2014	ГЭТ 95-75
Температура воздуха, Точность поддержания заданного значения температуры	+	+	+	ГОСТ 8.558-2009	ГЭТ 34-2007 ГЭТ 35-2010
Относительная влажность воздуха. Точность поддержания заданного значения влажности	+	+	+	ГОСТ 8.547-2015	ГЭТ 151-2014
Расход воздуха (кратность воздухообмена)	+	-	-	ГОСТ Р 8.618-2014	ГЭТ 118-2013
Уровень акустических шумов	+-	-	-	ГОСТ Р 8.765-2011	ГЭТ 19-2017
Освещенность	+	-	-	ГОСТ 8.552	ГЭТ 162-2012
Аэроионизация воздуха	+	-	+	ГОСТ Р 8.765-2011	ГЭТ 177-2010
Уровень вибрации	+++	-	+++	МИ 2070-90	ГЭТ 58-84
Напряженность электрических полей	+++	-	-	ГОСТ 8.564-96 ГОСТ Р 8.805-2012	ГЭТ 158-96 ГЭТ 45-2011
Напряженность магнитных полей	+++	-	-	ГОСТ 8.030-2012	ГЭТ 12-2011

\* Только для ЧП с однонаправленным потоком воздуха.

\*\* Если указано в специальной технической документации ЧП.

Примечание:

По пп. 1–4 и 6–14 требования устанавливаются пользователем; по п. 5: относительно соседнего ЧП худшего класса чистоты избыточное давление составляет 10 Па и более, относительно соседнего неклассифицируемого помещения – 15 Па и более.

Решение вышеперечисленных задач по обеспечению функционирования чистых помещений, также как и задач по обеспечению приемо-сдаточных испытаний созданных и предъявляемых к приемке чистых помещений, невозможно без обеспечения единства измерений более двух десятков контролируемых параметров, характеризующих эти помещения.

Система обеспечения единства измерений параметров чистых помещений и контролируемых сред реализуется посредством передачи единиц величин в соответствии с государственными поверочными схемами (ГПС) от государственных первичных эталонов единиц величин, вторичными и рабочими эталонами рабочим средствам измерений этих величин, системой национальных и межгосударственных стандартов и методик на методы и средства передачи единиц величин.

Государственные первичные эталоны единиц величин создаются, поддерживаются и совершенствуются в Государственных научных метрологических институтах Росстандарта. Ниже на рисунке схематически приведены основные контролируемые параметры чистых помещений (нумерация подразделов дана в соответствии с таблицей 3).



Рис. 1.

***Счетная концентрация частиц – основная контролируемая величина в чистых помещениях и чистых зонах.***

Классы чистоты воздуха и методы определения чистоты воздуха установлены ГОСТ ИСО 14644-1. По максимально допустимой концентрации частиц определенных размеров их и классифицируют. Максимально допустимая концентрация частиц, т.е. число частиц с размерами, равными или большими заданного порогового размера частиц в 1 м<sup>3</sup> воздуха для данного класса чистоты, приведена выше в табл. 2.

По ГОСТ 8.606-2012 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов» ГПС возглавляет ГЭТ 163-2010. Это эталон был впервые введен в 1997 г., затем усовершенствован в 2003, 2010 гг. [11]. Метрологические характеристики ГЭТ 163-2010 приведены ниже.

(Здесь и далее ГЭТ – Государственный первичный эталон; ГСЭТ – Государственный первичный специальный эталон; НЗД – номинальные значения, диапазон; СПВ – случайная погрешность воспроизведения; НСП – неисключенная систематическая погрешность).



ГЭТ 163-2010



Рис. 2



Рис. 3



Рис. 4

Таблица 4

НЗД	размер частиц – 0,03...1000 мкм, счетная концентрация частиц – 105...1012 м <sup>-3</sup>
СПВ	для размера частиц – 2 %, для счетной концентрации частиц – 4 %
НСП	для размера частиц – 4 %, для счетной концентрации частиц – 5 %
Неопределенность расширенная	коэффициент охвата k=2 в диапазоне от 0,03 до 0,5 мкм – 10 %; в диапазоне от 0,5 до 1000 мкм – 6 %.
Состав эталона	- система анализа дифференциальной электрической подвижности TSI 3080 для измерения счетной концентрации аэрозольных частиц размером от 0,01 до 1 мкм в диапазоне концентраций от 100 до 108 см <sup>-3</sup> ; - классификатор TSI 3081 для сепарации аэрозольных частиц размером от 0,01 до 1 мкм; - счетчик ядер конденсации TSI 3010 для измерения счетной концентрации аэрозольных частиц размером от 0,01 до 3 мкм в диапазоне концентраций от 100 до 105 см <sup>-3</sup> ; - счетчик аэрозольных частиц лазерный Lighthouse SOLAIR 1001+ для измерения счетной концентрации аэрозольных частиц размером от 0,3 до 25 мкм в диапазоне концентраций от 100 до 106 м <sup>-3</sup> ; - счетчик частиц в жидкости ПКЖ-904А.1 для измерения счетной концентрации частиц размером от 5 до 200 мкм в диапазоне концентраций от 100 до 4,8·106 см <sup>-3</sup> ; - измеритель дисперсных параметров аэрозолей, взвесей, порошкообразных материалов МИД-5; - интерферометрический измеритель дисперсности; - фоторегистрирующее устройство; - микроскоп цифровой биологический Альтами БИО-3.
Применение	Ракетно-космическая промышленность Авиастроение Оборона и безопасность Энергетика Электронная и радиоэлектронная промышленность Двигателестроение Фармацевтическая промышленность Экология Металлургическая и добывающая промышленность Нефть и газ, химическая промышленность Пищевая промышленность

В начале 2018 г. эталон был утвержден усовершенствованный эталон ГЭТ 163-2018 с улучшенными метрологическими характеристиками. При усовершенствовании эталона были разработаны методы и средства, позволившие существенно расширить рабочий диапазон в нанометровую область размеров [12–14]. Эталон обеспечивает воспроизведение и измерение счетной концентрации частиц в газообразных средах и жидкостях в диапазоне от 10<sup>-1</sup> до 10<sup>6</sup> см<sup>-3</sup>, при СКО 1,7 % в диапазонах размеров от 0,001 до 0,03 мкм с СКО 1,8 % и от 0,03 до 2000 мкм с СКО 1,1 %.

Кроме того, эталон обеспечивает воспроизведение и измерение массовой концентрации частиц в диапазоне 0,001–2000 мг/м<sup>3</sup> при расширенной не-

определенности  $U$  ( $k=2$ ), 1,3-3,7 % и эталонирование единицы новой величины – дзета-потенциала в диапазоне от -150 до +150 мВ при СКО 1,6 % (ФГУП «ВНИИФТРИ»).

Очевидно, что немаловажную роль играет чистота рабочих поверхностей в чистом помещении. Поверхности оборудования, рабочих столов и рук персонала могут загрязняться микроорганизмами. Источниками загрязнения, как правило, является человек. Чтобы обеспечить условия асептики при производстве стерильной продукции, необходим контроль микробного загрязнения поверхностей. Здесь контролируется счетная концентрация колониеобразующих единиц в единице объема воздуха или на единице площади.

В микроэлектронике основными контролируемыми параметрами изделий являются размер опасных частиц и плотность дефектов (см. таблицу 5). Чем сложнее СБИС, тем жестче требования к контролируемым частицам: уменьшается критический размер, уменьшается допустимая концентрация.



Рис. 5



Рис. 6

Таблица 5  
Требования к размерам опасных частиц и плотности дефектов в зависимости от сложности выпускаемых СБИС

Показатель	Единица измерения	Емкость СБИС ДОЗУ					
		64Мб	256Мб	1Гб	4Гб	16Гб	64Гб
Минимальный топологический размер	мкм	0,35	0,25	0,18	0,13	0,10	0,08

Продолжение таблицы 5

Площадь кристалла	мм <sup>2</sup>	190	280	420	640	960	1400
Критический размер частиц	мкм	0,12	0,08	0,06	0,04	0,03	0,03
Плотность допустимых дефектов	м <sup>-2</sup>	500	350	200	150	100	50
Число проколов на 1 млрд. контактных окон	шт.	0,8	0,2	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2
Допустимая поверхностная концентрация отдельных частиц щелочных металлов после очистки	атом/см <sup>2</sup>	5x10 <sup>11</sup>	1x10 <sup>11</sup>	2,5x10 <sup>10</sup>	1x10 <sup>10</sup>	5x10 <sup>9</sup>	<5x10 <sup>9</sup>
Органические примеси (в пересчете на углерод)	атом С/см <sup>2</sup>	1x10 <sup>15</sup>	1x10 <sup>14</sup>	3x10 <sup>13</sup>	1x10 <sup>13</sup>	5x10 <sup>12</sup>	3x10 <sup>12</sup>

Задача контроля загрязнения поверхности пластин для СБИС уровня ДОЗУ 256К (размер «опасных частиц»  $\leq 50$  нм) сравнима с поиском трех-пяти десятикопеечных монет на всей территории Москвы и твердого установления, что их количество именно такое или меньше [10].

Любая система управления должна содержать подсистему измерения параметров и анализа результатов измерений и исполнительную подсистему, отвечающую на управляющий сигнал так, чтобы предпринимаемое воздействие возвратило систему в нормальное состояние. Это действительно практически для всех параметров чистых помещений (скорость потока чистого воздуха, температура, влажность и т.д.), но полностью неприемлемо в микроэлектронике для мониторинга путем текущего контроля уровня загрязнений непосредственно на обрабатываемом объекте, поскольку обнаружение дефекта уже не может его устранить и управляющее воздействие только может быть направлено на отправление объекта с обнаруженным дефектом в брак.

### **Пути решения задачи контроля загрязнения в микроэлектронике**

1. *Метод косвенного контроля* – использование контрольных образцов, которые проходят тестируемую технологическую обработку с максимальным приближением к реальным режимам с последующим анализом приведенной дефектности.

2. *Метод детерминированного технологического обеспечения* уровня чистоты:

- радикальное снижение уровня загрязнений;
- тотальный контроль всех известных источников загрязнений;
- анализ и систематический поиск потенциальных источников загрязнений, а также детальное изучение природы, образования и состава загрязняющих частиц.

Для обеспечения требуемого уровня чистоты необходимо решение ряда задач:

- аэродинамические задачи с учетом теплопереноса;
- задачи оценки массопереноса загрязнений для определенных температурных полей с оценкой мощности и распределения источников загрязнений, расчета влияния электрических и акустических полей (включая источники вибрации).

При решении должны учитываться факторы следующих физико-химических процессов:

- перенос частиц в потоке воздуха и седиментация под действием полей (электрических, тепловых, гравитационных);
- броуновское движение и наличие конвективной составляющей в потоке вблизи поверхностей;
- коагуляция и размножение частиц в процессе взаимодействия.

Должны также учитываться факторы электростатической зарядки, вибрации, турбулентных (вихревых) потоков при переходных процессах от вакуума к нормальному давлению, генерации частиц в результате химического воздействия реакционной среды со стенками и деталями оборудования и технологическими слоями на пластине.

Например:

- наличие на пластине потенциала 100-500 В может привести к увеличению степени загрязнения поверхности на один-два порядка;
- при изменении температуры поверхности пластины от 20 до 100 °С скорость осаждения на нее частиц уменьшается в 10-20 раз.

### **Характеристики потока воздуха**

В чистых помещениях контролируются следующие параметры потоков воздуха (см. п. 2, 3, 5, 9 табл. 3):

скорость потока воздуха,  
однородность потока,  
однонаправленность потока,  
расход воздуха.

Обеспечение единства измерений скорости воздушного потока осуществляется по ГОСТ 8.542-86 «ГСИ. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений скорости воздушного потока». ГПС возглавляет ГПСЭ единицы скорости воздушного потока ГЭТ 150-2012 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

Диапазон измерений скорости воздушного потока 0,05...100 м/с.

СПВ (0,00015+0,0015 V м/с) при 10 независимых измерениях.

НСП (0,00015+0,0015 V).

Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата  $k=2$  составляет (0,00032+0,002 V) м/с.

Измерения скорости и однородности скорости воздушного потока, его однонаправленности производят лазерными доплеровскими анемометрами. Метод, позволяющий качественно характеризовать движение воздушных потоков в чистом помещении, – это метод визуализации потока.

Визуализация воздушных потоков требуется также при проведении испытаний ламинарных боксов для проверки степени удержания частиц внутри бокса. Методом визуализации получают следующую информацию о чистых зонах:

- поведение потоков в зонах приточного и отработанного воздуха,
- зоны влияния отработанного технологического воздуха,
- обтекание персонала на рабочих местах,
- обтекание частей оборудования (лент транспортера и т.д.).

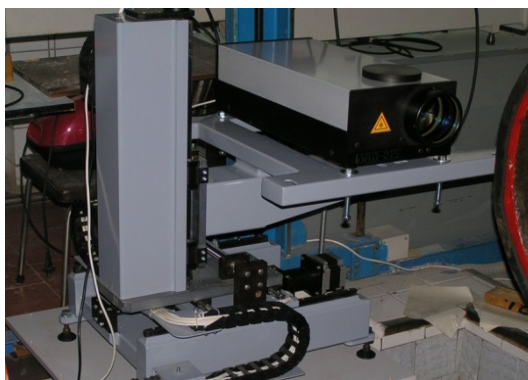


Рис. 7. Лазерный доплеровский анемометр ЛАД-015 и аэродинамическая установка АДС 700/100 из состава ГПСЭ



Рис. 8. Система измерения параметров воздушного потока (СИПП)

**Контроль времени восстановления счетной концентрации до исходного уровня** после кратковременного превышения допустимого значения.

С измерениями счетной концентрации связан контроль ряда параметров чистых помещений. Например, контроль целостности фильтров и времени восстановления заданного уровня запыленности, поскольку время восстановления или деконтаминации важно для практического применения, так как оно определяет время, в течение которого нельзя снова приступать к работе после возникновения кратковременных выбросов загрязнений в помещении, а также примерно то время, которое должно пройти после очистки помещения перед началом работы. Эта характеристика определяется только для чистых зон с неоднонаправленным потоком.

При проверке высокоэффективных фильтров обычно используют специальный тестовый аэрозоль. В ЧП для фармацевтического производства в основном применяются HEPA-фильтры, минимальная эффективность которых составляет примерно 99,97 % для частиц размером 0,3 мкм. Испытание фильтров высокой эффективности выполняется для каждого HEPA- или ULPA-фильтра, установленного в ЧП любого типа: А, В, С, D. Для этого проводятся измерения концентрации частиц до фильтра и после. А после установки фильтров ЧП проверяются на протечку швов и целостность установки.

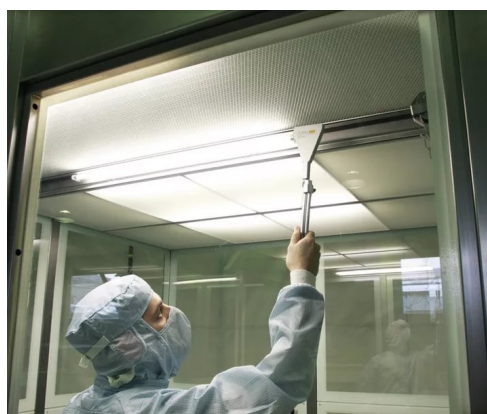


Рис. 9



**Контроль избыточного давления и перепада давлений** – наглядный способ демонстрации работоспособности чистого помещения.

Он предусматривает измерения перепада давления между чистыми помещениями различных классов или чистыми помещениями и неклассифицируемыми помещениями. Перепад давления измеряется при закрытых дверях.

Обеспечение единства измерений разности давления осуществляется по ГОСТ Р 8.618-2014 ГСИ. «Государственная поверочная схема для средств измерений разности давления» ГПС возглавляет ГПСЭ единицы давления для разности давления ГЭТ 95-75 со следующими точностными характеристиками (табл. 5).

Таблица 5

НЗД	$0,1 \div 4 \cdot 10^4$ Па.
СПВ	Не более 0,05 Па в диапазоне 0,1–100 Па, 0,08 Па в диапазоне 100–5000 Па и 0,4 Па в диапазоне 5–40 кПа
НСП	Не более 0,05 Па в диапазоне 0,1–100 Па, 0,3 Па в диапазоне 100–5000 Па и 0,8 Па в диапазоне 5–40 кПа

Эталон хранится в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

### **Контроль температуры**

Применяются два метода контроля температуры в чистых помещениях:

- общий контроль,
- специализированный контроль

Контроль температуры может выполняться как переносными приборами, так и встроенными датчиками, включенными в систему мониторинга параметров чистого помещения.

Обеспечение единства измерений температуры осуществляется в соответствии с ГОСТ 8.558-2009 ГСИ Государственная поверочная схема для средств измерений температуры, которую возглавляют два эталона:

1. ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 до 3000 °С ГЭТ 34-2007 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») со следующим точностными характеристиками:

НЗД  $0 \div 3000$  °С,

СПВ  $0,00003-1,4$  °С,

НСП  $4e^{-5} \div 0,42$  °С.

2. ГПЭ единицы температуры кельвина в диапазоне от 0,3 до 273,16 К.

- ГЭТ 35-2010 (ФГУП «ВНИИФТРИ») со следующим точностными характеристиками:  
НЗД (0,3...273,16),  
КСПВ (0,0001...0,0003),  
КНСП (0,0003...0,001) К,  
– применяется при специализированном контроле температуры.



Рис. 10. Установка для воспроизведения температуры тройной точки воды



Рис. 11. Платиновые термометры сопротивления

### **Контроль относительной влажности воздуха**

Обеспечение единства измерений влажности осуществляется по ГОСТ 8.547-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений влажности газов, которую возглавляет ГПЭ единиц относительной влажности газов, молярной (объемной) доли влаги, температуры точки росы/инея ГЭТ 151-2014 со следующими характеристиками (табл. 6).

Таблица 6

<p>Диапазоны значений:</p> <p>относительной влажности молярная (объемная) доля влаги температура точки росы/инея</p>	<p>(5 ÷ 98) % (0,1 ÷ 0,7 · 10<sup>6</sup>) млн<sup>-1</sup> от минус 120 до плюс 90 °С</p>
<p>СПВ:</p> <p>относительная влажность молярная (объемная) доля влаги температура точки росы/инея</p>	<p>0,05 % 0,3 % 0,05 °С</p>
<p>НСП:</p> <p>относительная влажность молярная (объемная) доля влаги температура точки росы/инея</p>	<p>(0,1 - 0,2) % (0,13 - 1,4) % (0,04 - 0,12) °С</p>

Измерения влажности выполняются одновременно с измерением температуры после стабилизации работы системы вентиляции и кондиционирования.



Рис. 12

**Обеспечение единства измерений расхода воздуха и кратности обмена** осуществляется по ГОСТ Р 8.618-2014 ГСИ. «Государственная поверочная схема для средств измерений объемного и массового расходов газа». ГПС возглавляет ГПЭ единиц объемного и массового расходов газа ГЭТ 118-2013 (ФГУП «ВНИИР»).

Эталон обеспечивает измерение объемного и массового расходов газа в диапазонах:

$3 \cdot 10^{-3} \div 16000 \text{ м}^3/\text{ч}$  ( $3,6 \cdot 10^{-3} - 19200 \text{ кг/ч}$ ) при абсолютном давлении рабочей среды от 96 до 104 кПа;

и  $10 - 2300 \text{ м}^3/\text{ч}$  ( $12 - 2700 \text{ кг/ч}$ ) при избыточном давлении рабочей среды до 1 МПа.

Со следующими точностными характеристиками:

СПВ  $3,5 \cdot 10^{-4} - 5 \cdot 10^{-4}$  и НСП  $4 \cdot 10^4$ .



Рис. 13



Рис. 14

**Единство измерений акустических и виброшумов** обеспечивает ГПЭ единицы звукового давления в воздушной среде ГЭТ 19-2010 в соответствии с ГОСТ Р 8.765-2011 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений звукового давления в воздушной среде в диапазоне частот от 2 Гц до 100 кГц. В 2017 г. эталон был усовершенствован и утвержден как ГЭТ 19-2017 (ФГУП «ВНИИФТРИ»).



Рис. 14

Таблица 7

НЗД	0,02...2,0 Па в диапазоне частот $2...25 \cdot 10^3$ Гц
СПВ	Среднее квадратическое отклонение результата измерений при 10 независимых наблюдениях 0,001...0,018 дБ в зависимости от частоты
НСП	Неисключенная систематическая погрешность воспроизведения единицы звукового давления 0,03...0,14 дБ в зависимости от частоты при доверительной вероятности 0,99

**Обеспечение единства измерений освещенности** осуществляется по ГОСТ 8.552 Государственная поверочная схема для средств измерений потока излучения, энергетической освещенности, спектральной плотности энергетической освещенности, энергетической экспозиции в диапазоне длин волн 0,0004-0,400 мкм. Её возглавляет ГЭТ 162-2012 Государственный первичный эталон единиц потока излучения, энергетической освещенности, спектральной плотности энергетической освещенности и энергетической экспозиции в диапазоне длин волн 0,4 до 400 нм (ФГУП «ВНИИФТРИ»).

Таблица 8

Диапазон значений потока излучения	$10^{-9}-1$ Вт
Диапазон энергетической освещенности	$10^{-6}-10^2$ Вт/м <sup>2</sup>
Воспроизведение единиц потока излучения и энергетической освещенности с относительным среднеквадратическим отклонением $S_0$ , не превышающем	$(0,3 - 1) \cdot 10^{-2}$
Неисключенная систематическая погрешность $\Theta_0$ не превышает	$(1,0 - 3) \cdot 10^{-2}$
Среднеквадратическое отклонение результатов сличений $S_e \Sigma_0$ рабочих эталонов энергетической освещенности и потока непрерывного излучения с государственным первичным эталоном не превышает	$(0,2 - 1) \cdot 10^{-2}$

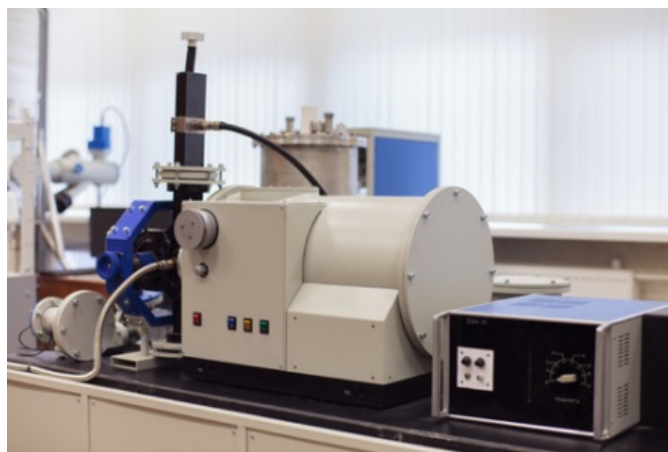


Рис. 15

**Обеспечение единства измерений уровня ионизации воздуха** осуществляется в соответствии с ГОСТ Р 8.646-2008 Государственная поверочная схема для средств измерений объёмной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счётной концентрации аэроионов. Её возглавляет Государственный первичный эталон единиц объёмной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счётной концентрации аэроионов ГЭТ 177-2010 (ФГУП «ВНИИФТРИ»).



Рис. 16

Таблица 9

НЗД	Диапазон измерений полярной объёмной плотности электрического заряда (счётной концентрации) аэроионов с подвижностью от $5 \cdot 10^{-5}$ до $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2 \cdot \text{с}^{-1} \cdot \text{В}^{-1}$ – $1,6 \cdot 10^{-2} \dots 200 \text{ нКл} \cdot \text{м}^{-3}$ ( $1 \cdot 10^8 \dots 1,2 \cdot 10^{12} \text{ м}^{-3}$ )
СПВ	не превышает 4 %
НСП	не превышает 4 % при $P=0,99$

### **Уровень вибрации**

ГПСЭ единиц длины, скорости и ускорения при колебательном движении твердого тела в диапазоне частот  $3 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^4$  Гц. ГЭТ 58-84 действует в соответствии с МИ 2070-90 ГСИ Государственная поверочная схема для средств измерений виброперемещения, виброскорости и виброускорения в диапазоне частот  $3 \cdot 10^{-1} - 2 \cdot 10^4$  Гц» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).  
*Альманах современной метрологии, 2018, № 14*



Рис. 17



Рис. 18

В микроэлектронике и точном машиностроении в ЧП необходимо контролировать *напряженность электрического поля*. Обеспечение единства измерений напряженности электрического поля осуществляется по ГОСТ 8.564-96 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений напряженности электрического поля в диапазоне частот 0–20 кГц. Её возглавляет находящийся в ФГУП «ВНИИФТРИ» ГЭТ 158-96 ГПСЭ единицы напряженности электрического поля в диапазоне частот 0–20 кГц со следующими метрологическими характеристиками (табл. 10).



Рис. 19



Таблица 10

НЗД	10...2000 В/м
СПВ	$3 \cdot 10^{-3}$
НСП	$(1.4...2.6) \cdot 10^{-2}$

Единство измерений напряженности высокочастотного электрического поля осуществляется в соответствии с ГОСТ Р 8.805-2012 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений напряженности электрического поля в диапазоне частот от 0.0003 до 2500 МГц, которую возглавляет ГЭТ 45-2011 ГПЭ единицы напряженности электрического поля в диапазоне частот 0,0003 - 1000 МГц (ФГУП «ВНИИФТРИ»).



Рис. 20

Таблица 11

НЗД	Напряженность электрического поля, (0,2...20) В/м
СПВ	Не более $0,5 \cdot 10^{-2}$
НСП	Не более $1,5 \cdot 10^{-2}$

**Обеспечение единства измерений магнитных величин** осуществляется по ГОСТ 8.030-2012 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств

измерений магнитной индукции, магнитного потока, магнитного момента и градиента магнитной индукции, которую возглавляет ГПЭ единиц магнитной индукции, магнитного потока, магнитного момента и градиента магнитной индукции, который хранится в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».



Рис. 21

### Выводы

1. Мероприятия по обеспечению и средства контроля высокого уровня чистоты, а следовательно, и эффективности производств высокого технологического уровня должны комплексно планироваться и подготавливаться к практическому применению ещё до начала функционирования этих производств.

2. Современная эталонная база позволяет проводить измерения и мониторинг практически всех основных и дополнительных или специальных параметров чистых помещений и связанных с ними контролируемых сред с требуемой на практике точностью и достоверностью, подтверждаемыми результатами международных сличений.

3. Результаты аттестации и текущий контроль параметров чистых помещений и связанных с ними технологических сред могут быть сопоставимы и признаваться только при использовании средств измерений и контроля прослеживаемых к государственным первичным эталонам единиц величин.

4. Использование при сдаче-приемке продукции средств измерений, прослеживаемых к государственным первичным эталонам, сможет обеспечить доказательство соответствия предъявляемым требованиям самих чистых помещений, как изделий или производств, так и изготавливаемой в них высокотехнологичной продукции.

### Литература

1. Чистые помещения / под ред. И. Хаякава; пер. с японского под ред. Ржанова В.Г. и Ушакова В.И. М.: Мир.- 1990, 454 с.
2. Проектирование чистых помещений: пер. с англ. / под ред. В. Уайта. – М.: Клинрум, 2004. – 360 с.
3. ОСТ 11.14.3302-87. Общие требования электронной гигиены к чистым помещениям.
4. Рекомендации PIC - Guide to Good Manufacturing Practice Pharmaceutical Products. Document PH 5/89, September 1989. Convention for the Mutual Recognition of Inspection in Respect of the Manufacturer of Pharmaceutical Products.
5. FED-STD-209E Federal Standard. Airborne Particulate Cleanliness Classes in Cleanrooms and Clean Zones. September 11, 1992.
6. ГОСТ ISO 9000-2011 «Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь».
7. РД 64-125-91. Правила организации производства и контроля качества лекарственных средств (GMP).
8. МУ 42-51-4-93. Контроль микробной контаминации воздуха производственных помещений: Сб. МУ «Организация и контроль производств лекарственных средств. Стерильные лекарственные средство» (МУ 42-51-1-93, МУ 42-51-26-93). – М.: Минздрав.
9. Мартынов В.В. Современный взгляд на обеспечение чистоты в субмикронных производствах СБИС / В.В. Мартынов // Чистые помещения и технологические среды, 2002, № 1.
10. Балаханов М.В., Балаханов Д.М., Лесников Е.В. Проблемы чистоты технологических сред при производстве изделий электронной техники с субмикронной и нанометровой топологией // Нанотехнологии. Экология. Производство. 2012. № 5 (18). с. 72-75.
11. Лесников Е.В., Карпов О.В., Балаханов М.В., Балаханов Д.М., Данькин Д.А. Государственный первичный эталон единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163-2010 // Измерительная техника. 2013. № 1. С. 3-6.
12. Карпов О.В., Лесников Е.В., Балаханов М.В., Балаханов Д.М., Данькин Д.А. Методы измерений характеристик наночастиц и их дисперсных параметров, применяемых в эталонной аппаратуре // Российские нанотехнологии. 2013. Т. 8. № 5-6. С. 92-97.

13. Лесников Е.В., Балаханов М.В., Балаханов Д.М. Методы и средства измерений дисперсных параметров частиц взвесей субмикронного и нанометрового диапазона // Измерительная техника. 2015. № 1. с. 61-68.
14. Балаханов М.В. Методы и средства измерений дисперсных параметров аэрозолей и взвесей // Физические основы приборостроения. 2017, т. 6, № 1 (23), с. 2-33.