



УДК 004.65: 543.61: 661.11

Л.В. Трынкина, В.Е. Трохин, А.Л. Кочетыгов, А.М. Бессарабов

ФГУП «Государственный научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ» (ФГУП «ИРЕА»), Москва, Россия

БАЗА ДАННЫХ АНАЛИТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЗВЕШАННЫХ ЧАСТИЦ В ОСОБО ЧИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ

Database of the main analytical techniques and devices used in technology for detection of suspended particles in high pure materials was developed on the basis of the CALS-concept. Information about every device includes description of the most important nodes and characteristics necessary for the user (analytical chemist) for the choice of the analytical equipment.

На основе концепции CALS разработана база данных основных аналитических методов и приборов, используемых для определения взвешанных частиц в особо чистых материалах. Информация по каждому прибору включает в себя описание важнейших характеристик, необходимых пользователю (химику-аналитику) для выбора аналитического оборудования.

В последнее время промышленное производство особо чистых материалов характеризуется существенным ростом требований потребителей продукции к такому понятию как качество. Увеличилось число параметров, определяющих качество продукта. Возросли требования к методам аналитического контроля. Решение этих проблем аналитического мониторинга возможно только на основе современной инновационной системы компьютерного менеджмента качества (КМК-системы) [1, 2].

Информационный комплекс системы создавался на основе международного CALS-стандарта ISO-10303 (STEP) [2]. Система осуществляет ввод, обработку и хранение информации об основных элементах аналитического мониторинга: перечень объектов для контроля (классификатор веществ); сведения об используемых аналитических методах; приборах; метрологическое обеспечение работы; блок документации (ГОСТ, ТУ и пр.).

Для информационного обеспечения КМК-системы была разработана база данных аналитических приборов. Все приборы были структурированы по 4-м основным кластерам показателей качества: содержание основного вещества, катионы металлов, анионы и взвешанные частицы. В нашей работе рассматривается база данных аналитического оборудования для определения взвешанных частиц в особо чистых материалах.

В промышленности требуются особо чистые вещества с содержанием взвешанных частиц на уровне $0,5 \text{ мкм} - 20 \text{ частиц/см}^3$; $0,2 \text{ мкм} - 50 \text{ частиц/см}^3$ (средний товарный продукт для микроэлектроники).

Самым распространенным методом анализа взвешанных частиц является метод лазерной дифракции рассеянного света. Основными приборами для данного анализа являются лазерные анализаторы микрочастиц (рис. 1).

Анализ выпускаемых лазерных анализаторов показал, что из всей совокупности разработчиков 4 производителя предлагают серии приборов: США (LabDepot Corporation) - Microtrac S3500 (рис. 1-а), Nanotracs150/250,



Zetatrac; США (Exiton Analytic JSC) - Zetasizer Nano S, Zetasizer Nano ZS; Германия (Fritsch) - Analysette 22 Comfort, Analysette 22 Compact, Analysette 22 Economy; Великобритания (Malvern Instruments Ltd) - Mastersizer 2000E EPA5002, Mastersizer 2000E - EPA5004, Mastersizer 2000E - EPA5004C, Mastersizer 2000E - EPA5007, Mastersizer 2000E - EPA5007C, Mastersizer 2000E - EPA5011, Микросайзер 201, Микросайзер-201А, Микросайзер-201А, Микросайзер-201С, Микросайзер-201С, Суперсайзер-203. Единичные марки лазерных анализаторов микрочастиц: Китай, ОМЕС-LS900; Россия, Люмэкс-ЛАСКА-1К; Австрия, SY-LAB Gerate G.m.b. - Saturn DigiSizer 5200; Япония, Shimadzu - SALD-301 V.

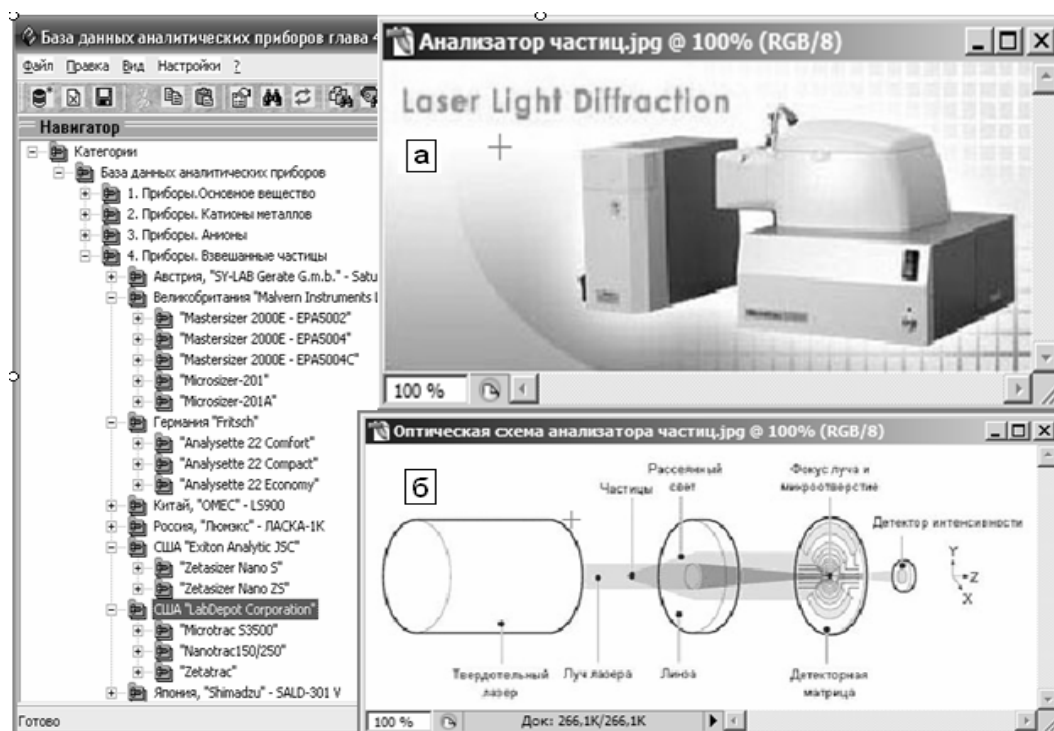


Рис. 1. База данных аналитических приборов. Определение взвешанных частиц:
а – LabDepot Corporation - Microtrac S3500; б – оптическая схема.

Суть метода состоит в том (рис. 1-б), что луч лазера освещает ансамбль частиц, которые диспергированы в прозрачном газе. Угловая зависимость интенсивности света, рассеянного частицами определяется их размерами и оптическими характеристиками. Свет, рассеянный частицами на различные углы, регистрируется детектором. Регистрируемая дифракционная картина (пространственное распределение) называется индикатрисой (диаграммой) рассеяния образца. На основании измеренного распределения интенсивности, с использованием теории светорассеяния Ми, осуществляется восстановление функции распределения частиц по размерам. Поскольку прибор измеряет ансамбль частиц, а не единичные частицы, то в зоне измерения (для частиц 10мкм) во время измерения находятся миллионы частиц,



что определяет высокую статистическую значимость получаемых результатов.

Несмотря на то, что существует ряд приближений и теорий светорассеяния, самой полной и строгой является теория Ми, расчёты которой основаны на использовании уравнений Максвелла. Так же в основе теории лежат два допущения:

1. Предполагается, что частицы сферичны. Это является важным, поскольку сферичность встречается редко. Лазерная дифракция – метод, который чувствителен к объёму частицы. Поэтому диаметры частиц вычисляются на основании измеренного объёма частиц.

2. Предполагается, что суспензия достаточно разбавлена. Концентрация частиц предполагается малой для обеспечения непосредственного измерения рассеянного света детектором (т.е. однократного рассеяния) и отсутствия повторного рассеяния перед попаданием на детектор (т.е. многократного рассеяния). Если концентрация частиц достаточно мала, то соблюдается закон Бугера-Ламберта-Бера, т.е. линейная зависимость оптической мутности от концентрации. Однако, при повышении концентрации, начиная с определённого момента закон Бера перестаёт соблюдаться. Частицы находятся столь близко, что происходит многократное рассеяние. В системах Insitac используется запатентованная методика коррекции многократного рассеяния, что позволяет значительно расширить диапазон рабочих концентраций анализатора.

В лабораторных анализаторах необходимость учёта многократного рассеяния отсутствует, поскольку имеется возможность контроля концентрации образца, что позволяет исключить многократное рассеяние. Однако, в случае непрерывного пробоотбора для гранулометрического анализа в условиях производства, высокая точность измерений должна соблюдаться, в том числе при анализе высококонцентрированных технологических потоков.

Частицы крайне редко бывают сферичными, однако, поскольку метод лазерной дифракции измеряет объём частиц, то при вычислении размерных параметров предполагается, что частицы сферичны и для расчётов используется измеренный объём. Некоторые измерительные приборы проводят расчёт распределения с учётом некоторых допущений и ограничений, например, нормальное распределение или распределение Розина-Раммлера. Система Insitac производит вычисление распределения без каких-либо ограничений, касательно его специфики, и, таким образом, способна вычислять распределения произвольной формы.

Библиографические ссылки

1. Bessarabov A.M. Analytical Quality Control Information System for Chemical Reagents and High-Purity Materials/ A.M. Bessarabov, O.A. Zhdanovich // *Inorganic Materials*, 2005. Vol. 41, No.11. P. 1236–1242.
2. Bessarabov A.M. Development of an analytical quality control system of high-purity chemical substances on the CALS concept basis/ Bessarabov A.M. [et al.]; // *Oxidation Communications*, 2007. Vol. 30, No 1. P. 206–214.