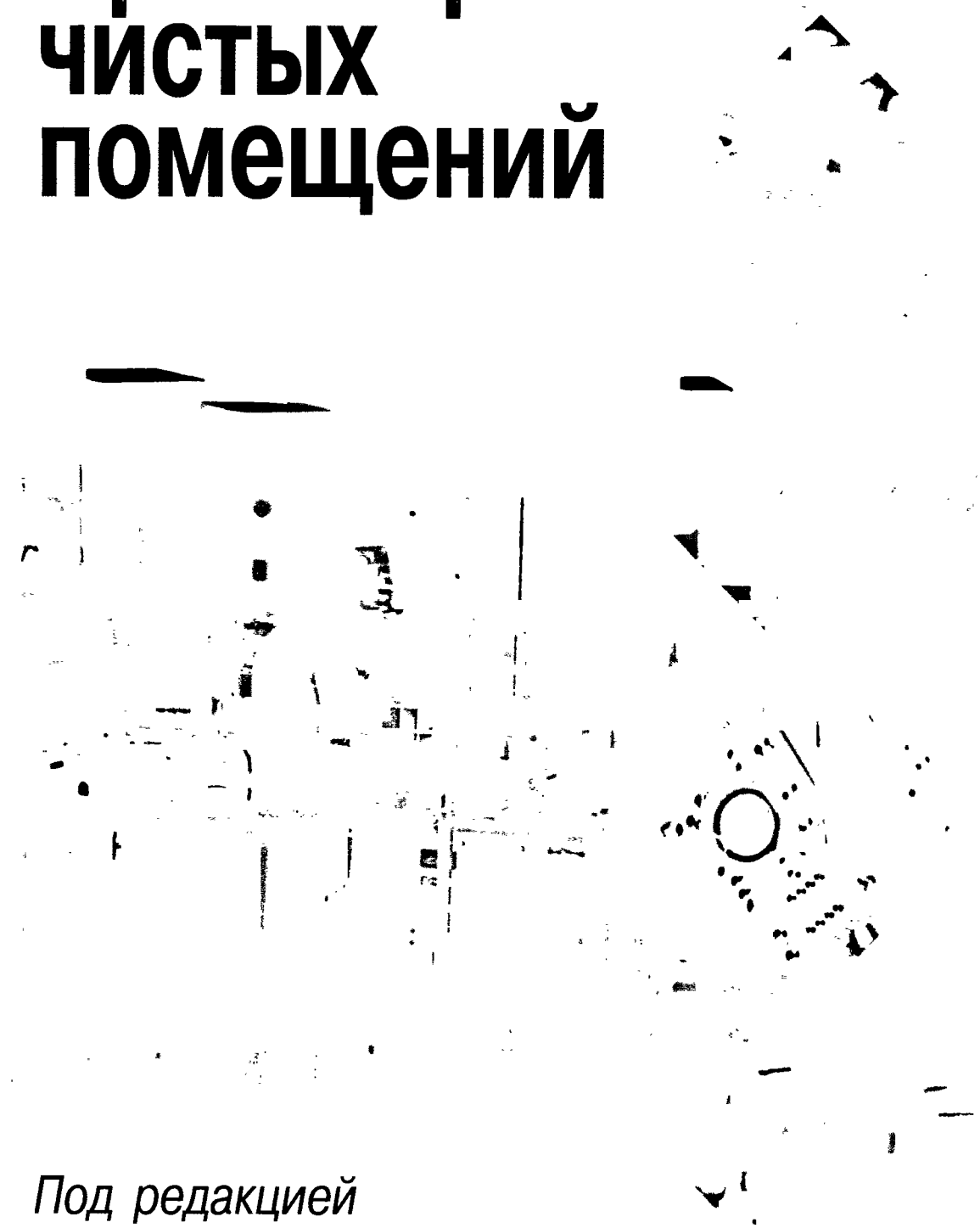
Проектирование чистых помещений



Под редакцией

В. Уайта

Cleanroom Design

Second Edition

Edited by

W. Whyte

University of Glasgow, UK

JOHN WILEY & SONS
Chichester • New York • Weinheim • Brisbane • Singapore • Toronto

Проектирование чистых помещений

Второе издание

Под редакцией

Вильяма Уайта

(Университет Глазго, Великобритания)

«КЛИНРУМ»
Москва • 2004

УДК 621.3.049.77

Общая редакция
В. И. Калечиц

Выпускающий редактор
О. Ф. Алексашина

Перевод с английского языка выполнили:
О. Ф. Алексашина (главы 9 и 13)
М. В. Балаханов (глава 2)
В. И. Власенко (глава 5)
А. Д. Гайдуков (глава 3)
П. А. Гладких (глава 12)
В. И. Калечиц (главы 1 и 8)
В. Ф. Попенко (глава 10)
А. Ю. Попов (глава 6)
А. Д. Просий (глава 11)
Е. Ю. Семенова (глава 4)
Е. С. Хозяшева (глава 7)

Проектирование чистых помещений. Под ред. В. Уайта. Пер. с англ. – М.: изд. "Клинрум", 2004. – 360 стр. Табл. 46. Ил. 134.

Книга является сборником материалов, написанных известными экспертами по контролю микрозагрязнений и технологической чистоте. Она получила заслуженное признание за рубежом, где выдержала уже два издания. В книге кратко изложены основные понятия техники чистых помещений, их история, дан подробный обзор стандартов по чистым помещениям. Значительное внимание уделено особенностям проектирования чистых помещений для микроэлектроники, производства изделий медицинской техники, фармацевтической и биотехнологической промышленности. Подробно рассмотрены различные методы получения чистой и сверхчистой воды, а также производство и распределение чистых технологических газов. Отдельные главы посвящены конструкционным и отделочным материалам, материалам для трубопроводов, фильтрации воздуха и экономическим аспектам проектирования чистых производственных помещений.

Книга рекомендуется широкому кругу специалистов, занимающихся вопросами технологической чистоты, проектированием и созданием чистых помещений, а также в качестве учебного пособия для вузов и курсов переподготовки и повышения квалификации работников, занятых эксплуатацией чистых помещений.

ISBN 5-902728-01-0 (русск.)
ISBN 0 471 94204 9 (англ.)

© John Wiley & Sons Ltd., 1991, 1999
© ООО «Клинрум», перевод на русский язык, 2004

Предисловие редактора перевода

Книга «Проектирование чистых помещений» под редакцией В. Уайта, которую мы представляем на суд читателям, во многом уникальна. По данным самого крупного и наиболее авторитетного книжного интернет-магазина Amazon, она занимает первое место в рейтинге продаж книг на английском языке, посвященных технологии чистых производственных помещений. Книга вышла первым изданием в 1991 году и пользовалась такой популярностью, что через восемь лет потребовалось второе, значительно переработанное и расширенное издание. Успех книги во многом объясняется прекрасным авторским коллективом, в который входят ведущие мировые эксперты в области контроля микрозагрязнений и технологической чистоты.

После выхода в 2002 году русского перевода книги В. Уайта «Технология чистых помещений. Основы проектирования, испытаний и эксплуатации» (кстати, английское издание этой книги в уже упомянутом рейтинге продаж занимает второе место), которая является прекрасным введением в область знаний, связанную с технологической чистотой, у коллектива, работавшего над выпуском книги, не было сомнений – следующим надо готовить русский перевод книги «Проектирование чистых помещений» под редакцией В. Уайта. По своей направленности это издание рассчитано на специалистов, уже имеющих опыт работы с чистыми помещениями. В ней очень подробно рассматриваются как общие вопросы (история чистых помещений, основы их классификации, обзор стандартов и методик), так и особенности проектирования чистых помещений, конструкционных и отделочных материалов для отдельных отраслей – производства полупроводников, фармацевтической промышленности, биотехнологий, производства изделий медицинского назначения. Интересным и важным для отечественного рынка представляется анализ экономических аспектов проектирования и строительства чистых помещений. Книга, по сути, является первым изданием на русском языке, посвященным специальным вопросам технологической чистоты.

В работе над переводом приняли участие ведущие отечественные специалисты по чистым производственным помещениям. Главы 9 и 13 переведены главным редактором журнала «Чистые помещения и технологические среды», к. х. н. О. Ф. Алексашиной; глава 2 – заместителем директора ВНИИФТРИ, к. ф.-м. н. М. В. Балахановым; глава 5 – техническим директором НПВП «Экма» (г. Киев), к. т. н. В. И. Власенко; глава 3 – генеральным директором ЗАО «Экопроект» А. Д. Гайдуковым; глава 12 – начальником отдела специальных инженерных систем ОАО «Ангстрем» П. А. Гладких; главы 1 и 8 – начальником лаборатории РНЦ «Курчатовский институт», к. ф.-м. н. В. И. Калечицем; глава 10 – ведущим специалистом фирмы Mykrolis В. Ф. Попенко; глава 6 – начальником отдела НИЦ чрезвычайных ситуаций Минздрава РФ А. Ю. Поповым; глава 11 – начальником центра перспективных технологий НИИМЭ и завода «Микрон» А. Д. Просием; глава 4 – ведущим специалистом-переводчиком ООО «Фармапарк» Е. Ю. Семеновой; глава 7 – аспирантом РНЦ «Курчатовский институт» Е. С. Хозяшевой.

Насыщенность книги специальной терминологией, обилие технологических деталей и профессиональных тонкостей обусловило необходимость дополнительного редактирования многих специализированных разделов книги. Необходимо отметить значительный вклад в эту работу заведующего кафедрой мембранной технологии РХТУ им. Д. И. Менделеева, профессора, д. т. н. Г. Г. Каграманова.

Большую и кропотливую работу по подготовке иллюстраций, дизайну и компьютерной верстке книги проделала А. И. Яковлева. Огромная организационная работа была выполнена выпускающим редактором О. Ф. Алексашиной, которая без преувеличения являлась и душой, и основным источником энергии в течение всей работы над изданием.

Поддержку и неоценимую помощь в работе над книгой оказал редактор английского издания, ведущий мировой эксперт в области технологии чистых помещений Билл Уайт. Он не только поддержал идею издания книги на русском языке и живо интересовался ходом работы над ее переводом, но и содействовал обновлению некоторых справочных материалов, а также любезно предоставил оригиналы многих иллюстраций.

Коллектив, работавший над выпуском русского издания книги «Проектирование чистых помещений» под редакцией В. Уайта, стремился к тому, чтобы отечественные специалисты в области технологической чистоты получили возможность знакомства с самой востребованной в мире книгой по чистым производственным помещениям. Хочется надеяться, что это послужит стимулом к дальнейшему развитию и распространению технологии чистых помещений в России.

Редактор перевода *В. И. Калечиц*

Предисловие

В последние годы наблюдается неуклонный рост потребности в чистых производственных помещениях все более и более высокого качества. Многие компании переходят на выпуск своей продукции в условиях технологической чистоты, в то время как другие разрабатывают новые товары, рассчитанные на производство в чистых помещениях. Стремительно расширяется перечень изделий, при производстве которых требуется контроль микрозагрязнений, возможный лишь в условиях чистых помещений – компьютеры, устройства для чтения компакт-дисков, лекарства, изделия медицинской техники, пищевые полуфабрикаты для быстрого приготовления, лазеры, навигационные системы и множество другой продукции современных новых технологий.

В предисловии к первому изданию этой книги я написал, что созданные к тому времени чистые помещения в миллион раз чище обычных производственных цехов, и достигнутый уровень позволяет спроектировать чистое производственное помещение, удовлетворяющее любым требованиям по контролю микрозагрязнений. Другими словами, я надеялся, что первое издание этой книги явится основой для проектирования чистых помещений в обозримом будущем. Теперь, спустя восемь лет, оказалось, что эти утверждения были чересчур оптимистическими. Для того чтобы учесть появившиеся новые разработки и тенденции, понадобилось второе издание книги. В ней появилась новая глава о производстве изделий медицинской техники, а все остальные главы были обновлены или написаны заново. Коллектив авторов немного изменился, но это по-прежнему интернациональная группа специалистов из Великобритании, США, Швеции, Германии и Швейцарии с опытом работы в этой области от 20 до 35 лет. Я надеюсь, что читатели согласятся с тем, что работа, проделанная для второго издания книги, пошла ей на пользу.

Я хотел бы поблагодарить тех, кто сделал возможным и первое, и второе издание этой книги. Прошло уже 35 лет с тех пор, как я начал свою работу в области технологии чистых помещений. С первых моих шагов – и до сих пор – мне оказывает помощь мой коллега Билл Карсон. В те далекие дни большинство фундаментальных исследований были выполнены в больничных операционных, и многие мои идеи сформировались под влиянием таких исследователей, как доктор Роберт Блоуэрс, профессор Эдвард Лоубери, а позже профессор сэр Джон Чарнли и, в особенности, доктор Оуэн Лидуэлл. Я хотел бы также поблагодарить Сандру Маккей, осуществившую набор книги, и Барбару Маклеод, которая проделала большую часть работы по печати первого издания книги, а также с энтузиазмом участвовала в ее редактировании. Изабель Лоусон выполнила многие из представленных в книге схем.

В. Уайт
Январь, 1999

1

Введение в проектирование чистых и изолирующих помещений

У. УАЙТ (W. WHYTE)

ВВЕДЕНИЕ

Чистое помещение – это современный феномен, хотя основы проектирования и эксплуатации чистых помещений имеют уже более чем вековую историю. Начало чистым помещениям было положено борьбой с инфекциями в больницах, но необходимость создания чистых сред для промышленного производства – это требование нашего времени. Области применения чистых помещений весьма разнообразны. В таблице 1.1 приводится лишь краткий перечень изделий, производимых в настоящее время в чистых помещениях либо требующих при их производстве контроля над загрязнениями.

Таблица 1.1. Некоторые области применения чистых помещений

Электроника	Компьютеры, ТВ-трубки, плоские дисплеи, магнитные ленты
Производство полупроводников	Производство интегральных схем, применяемых в памяти ЭВМ и системах управления
Микромеханика	Гироскопы, миниатюрные подшипники, считывающие устройства для компакт-дисков
Оптика	Линзы, фотопленка, лазерное оборудование
Биотехнология	Производство антибиотиков, генная инженерия
Фармацевтика	Производство стерильной фармацевтической продукции
Медицинское оборудование	Сердечные клапаны, системы кардиошунтирования
Пищевые продукты	Производство продуктов питания и напитков, не содержащих болезнетворных микроорганизмов
Больницы	Терапия иммунодефицитных больных, изоляция инфекционных больных, операционные

Как видно из таблицы 1.1, области применения чистых помещений можно разделить на две основные группы. В первую группу входят отрасли, где частицы загрязнений создают весьма серьезную проблему. В таких отраслях наличие даже субмикронных частиц может нарушать функционирование изделий или снижать срок их службы. Вторую группу составляют области, где недопустимо присутствие микроорганизмов, поскольку увеличение их количества в изделии (или в организме больного) может привести к возникновению инфекции. Кроме того, из таблицы видно, что многие из перечисленных в ней изделий являются последними достижениями в соответствующих областях, а это значит, что приведенный перечень продукции, производимой в чистых помещениях, со временем, безусловно, будет дополняться, что в свою очередь обеспечит значительный и устойчивый спрос на чистые помещения.

ИСТОРИЯ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Как известно, первые чистые помещения создавались в больницах. В работах Пастера, Коха, Листера и других пионеров микробиологии и хирургии свыше ста лет назад было установлено, что источником инфекции являются бактерии. Из этого следовало, что удаление бактерий из больниц, а особенно из операционных, должно предотвратить возникновение инфекций. Этот постулат явился научным обоснованием для разработки первых чистых помещений. Листер добился значительного снижения инфекционных осложнений в своей операционной в Королевской больнице г. Глазго благодаря обработке антисептическим раствором (карболовой кислотой) инструментов, рук хирурга и хирургических разрезов и пытался предотвратить аэрозольное распространение инфекции путем распыления этого раствора в воздухе. Тем не менее, его попытка добиться «чистоты» основывалась на *антисептическом* подходе, в то время как дальнейшее развитие, которое привело к созданию современных чистых помещений, базировалось на *асептических* методах, т. е. стерилизации инструментов и перевязочных материалов, а также использовании хирургических перчаток, масок и костюмов. Эти приемы явились базой для разработки чистых технологий, которые применяются и сегодня.

Хотя чистые помещения тех лет кое в чем и напоминали современные чистые помещения, в них был упущен такой важный фактор, как приточная вентиляция с фильтрацией подаваемого воздуха. Положительное влияние вентиляции, хотя бы даже в форме проветривания, на уменьшение инфекционных осложнений отстаивалось такими людьми, как Флоренс Найтингейл[1], в результате чего в 1855 г. госпиталь, подготовленный для Крымской войны, был снабжен вентиляционными устройствами механического типа. Однако даже 60 лет назад в больницах принудительная вентиляция применялась редко. Из рис. 1.1 явно следует, что в то время вентиляция служила более для создания комфорта, чем для снижения загрязнений, а большинство проектировщиков вентиляции в больницах тогда, да и позже, не отделяло эти функции друг от друга. Только по окончании Второй мировой войны (1945 г.) принудительная вентиляция стала внедряться в больницах именно с целью борьбы с загрязнениями. В это время начались исследования проблем, связанных с инфицированием содержащимися в воздухе частицами лю-

[1] Английская медсестра, основатель и руководитель отряда медсестер во время Крымской войны 1853-56 гг. (*Прим. ред.*).

дей, находящихся в ситуациях вынужденного скопления, характерных для военного времени, например, в подводных лодках, бомбоубежищах и армейских казармах. Был изобретен пробоотборник находящихся в воздухе бактерий, а во время Второй мировой войны проводились исследования вентиляции помещений и аэродинамики частиц. В послевоенные годы много работ было посвящено помещениям для операционных и ожоговой терапии, и к началу 1960-х годов было уже известно большинство основополагающих принципов, определяющих характеристики турбулентно вентилируемых помещений, а именно картина распределения воздушных потоков в зависимости от места расположения и типа воздухораспределителей и решеток вытяжной вентиляции, влияние разницы в температуре поступающего и находящегося в помещении воздуха, влияние объема поступающего воздуха на степень разбавления аэрозольных загрязнений, эффективность воздушных фильтров и принципы контроля движения воздуха между различными зонами. Объема накопленных знаний вполне хватило для того, чтобы в Великобритании подготовить и издать всеобъемлющий справочник по проектированию вентиляционных систем для операционных (UK Medical Research Council Report, 1962). Кроме того, было установлено, что люди являются источником находящихся в воздухе бактерий, которые переносятся на отшелушившихся частицах наружных кожных покровов, причем выяснилось, что одежда из рыхлой хлопчатобумажной ткани слабо препятствует их распространению, и для спецодежды нужен более плотный материал.

Использовать однонаправленный воздушный поток для эффективного удаления загрязнений из больничных палат предложил еще в 1864 г. сэр Джон Саймон (Simon), писавший, что вентиляция должна «обеспечивать поток от входа к выходу» и что этого можно добиться, используя систему специальной подачи воздуха, в которой «потоки

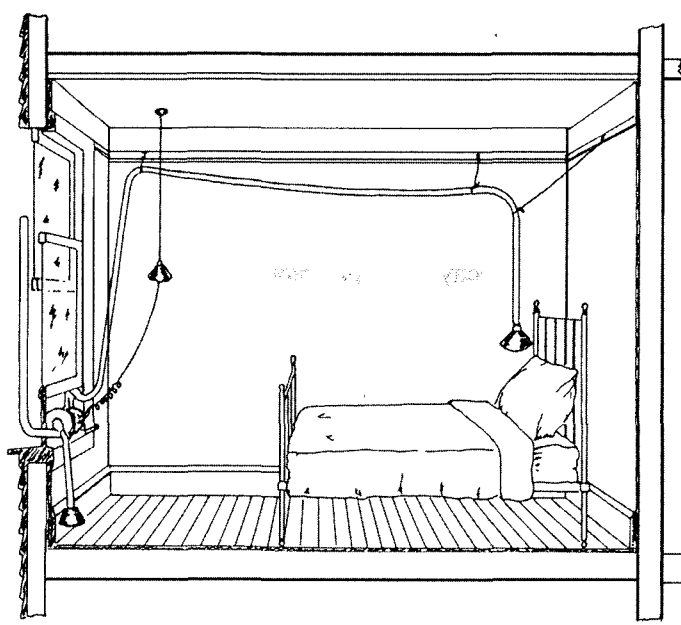


Рис. 1.1. Вентиляция в больничной палате в 1920-х гг. Пациент мог дышать свежим воздухом через воронку. Грязный воздух удалялся через аналогичную воронку, расположенную на уровне пола

направляются определенным образом». Эти рекомендации попытались учесть при строительстве больницы королевы Виктории в Белфасте, Северная Ирландия, в конце 19 века, однако в то время уровень знаний по аэродинамике был еще не достаточен для того, чтобы получить ожидаемые результаты.

В работе Бурдийона (Bourdillon) и Коулбрука (Colebrook), опубликованной в 1946 г., описан перевязочный пункт, в котором кратность воздухообмена в час достигала 20, что позволило получить в комнате избыточное давление по отношению к окружающим помещениям. Они обсудили также эффект «воздушного поршня», заключающийся в том, что воздух формирует «слои, которые опускаются вниз слишком медленно, чтобы вызвать завихрения, и которые по мере продвижения толкают грязный воздух перед собой». Рассмотрели они и возможность использования 60-кратного и более воздухообмена в час, причем сообщили, что в лабораторных опытах было зафиксировано «внезапное исчезновение облака микроорганизмов». Авторы не стали развивать свои идеи дальше, так как применение таких больших объемов подаваемого воздуха для больниц было слишком дорого.

Идея медленного перемещения воздуха вниз с минимальной турбулентностью позднее (в 1960 г.) рассматривалась Блоуэрсом (Blowers) и Кру (Crew). Они изучили многие особенности вентиляции в операционных, и в дальнейшем их результаты были использованы в уже упоминавшемся справочнике по проектированию вентиляционных систем для операционных. По предложению О. Лидуэлла (Lidwell) авторы исследовали помещение, в которое воздух подавался через воздухораспределители, установленные по всему потолку, в режиме, близком к однонаправленному воздушному потоку. Такая система оказалась намного эффективнее всех исследованных ими ранее, но раскрыть все ее возможности снова не удалось из-за слишком низкой величины потока подаваемого в помещение воздуха.

Решающим импульсом в деле обеспечения чистоты воздуха в операционных оказались работы профессора сэра Джона Чарнли (Charnley). Профессор Чарнли в начале 60-х гг. радикальным образом улучшил конструкцию искусственных тазобедренных суставов и методику их имплантации. Сами операции проходили исключительно успешно, но в начале его исследований процент осложнений из-за инфекции после операций достигал 9%. Для пациентов это было настоящим бедствием, поскольку эффективные средства борьбы с инфекцией отсутствовали и искусственный сустав приходилось заменять. Чарнли пришел к выводу, что причиной инфекции могут быть взвешенные в воздухе микроорганизмы. С помощью фирмы Howorth Air Conditioning он решил модернизировать систему приточной вентиляции в своей операционной. Чтобы не допустить образования турбулентностей и сформировать движущийся вниз со скоростью 0,3 м/с воздушный поток в операционную площадью 6 м × 6 м потребовалось подавать воздух со скоростью 11 $м^3/с$.

Чарнли счел такое решение неэкономичным и разработал, а затем в 1961 г. и соорудил внутри операционной стерильную палатку, получившую название «зеленый дом» («greenhouse») площадью 2 м × 2 м. На рис. 1.2 представлена опубликованная Чарнли схема воздушных потоков в палатке. Однако из публикаций видно, что он не был удовлетворен достигнутым результатом. В 1966 году, учитывая накопленный опыт, Чарнли соорудил стерильную палатку со значительно большим расходом воздуха, более качественным движением воздушного потока и, вследствие этого, существенно меньшим количеством микроорганизмов. Для того чтобы ограничить выделение микроорганиз-

мов хирургами, он разработал одежду, закрывавшую все тело. После всех усовершенствований число послеоперационных осложнений сократилось до уровня 1,3%. Правда, прямая связь этого достижения с модернизацией вентиляции в операционной подвергалась сомнению, поскольку одновременно Чарнли совершенствовал и методику операций. Однако подлинным доказательством его правоты стало исследование роли систем очистки воздуха в операционных, предпринятое в 1980-х годах Медицинским исследовательским Советом Великобритании. Девятнадцать больниц, принимавших участие в программе исследований, подтвердили, что применение чистых зон с однонаправленным воздушным потоком, а также использование специальной изолирующей одежды для медицинского персонала при операциях на тазобедренных суставах на четверть снижает риск инфицирования по сравнению с турбулентно вентилируемыми операционными палатами.

Аналогичные успехи были достигнуты в технических отраслях промышленности. Разработка первых чистых помещений для промышленного производства началась во время Второй мировой войны, и это, в основном, было обусловлено попытками повышения качества и надежности узлов и деталей различных видов вооружения, танков и самолетов. Появилось понимание того, что если не добиться чистоты в производственной зоне, то такие узлы, как, например, бомбардировочные прицелы или прецизионные подшипники, могут отказывать или работать неправильно. В это время были построены чистые помещения, в которых просто копировались конструкции операционных и опыт их эксплуатации. Но очень скоро пришло понимание того, что отсутствие микроорганизмов и отсутствие частиц – это не одно и то же. Значительные усилия были направлены на внедрение материалов, поверхность которых не выделяет частиц, но осознание того, что распространение по воздуху множества частиц, выделяемых оборудованием и персоналом, можно уменьшить за счет подачи в помещение больших объемов чистого воздуха, еще не пришло.

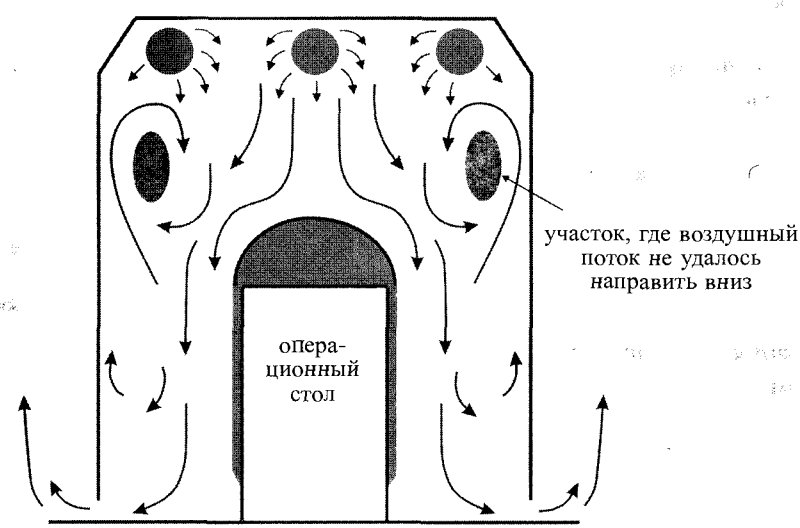


Рис. 1.2. Схема палатки и воздушных потоков от трех диффузоров (рисунок из статьи в British Journal of Surgery)

Открытие процессов ядерного расщепления, а также исследования в области разработки биологического и химического оружия, проводимые в период Второй мировой войны с 1939 по 1945 гг., стимулировали производство высокоэффективных воздушных фильтров HEPA (High Efficiency Particulate Air), необходимых для очистки воздуха от опасных микробиологических или радиоактивных аэрозольных загрязнений. Появление таких фильтров позволило обеспечить чистые помещения очень чистым воздухом и достичь низких уровней аэрозольного загрязнения.

Помещения с большими объемами хорошо очищенного воздуха, подаваемого через потолочные воздухораспределители, стали строиться в период с 1955 г. до начала 1960-х годов, причем большинство из них предназначалось для производства гироскопов.

Переломным моментом в истории чистых помещений стала разработка в 1961 г. концепции вентиляции с «однонаправленным», или «ламинарным» потоком воздуха, осуществленная в лаборатории корпорации Sandia (г. Альбукерк, Нью-Мехико, США). Разработка велась группой специалистов, но наибольший вклад принадлежал Уиллису Уитфилду (Whitfield). На рис. 1.3 представлена схема первой чистой комнаты с однонаправленным воздушным потоком. Помещение было небольшим, шириной 6 футов, длиной 10 футов и высотой 7 футов (1,8 × 3 × 2,1 м). Воздух подавался через ряд HEPA-фильтров (вместо использования потолочных воздухораспределителей с последующим произвольным движением воздуха внутри помещения). Это обеспечило однонаправленное движение воздуха от фильтров через все помещение и далее наружу через перфорированный пол. Из рис. 1.3 видно, что человек, работающий за столом, не будет загрязнять объекты перед собой, поскольку генерируемые им загрязнения будут удаляться потоком

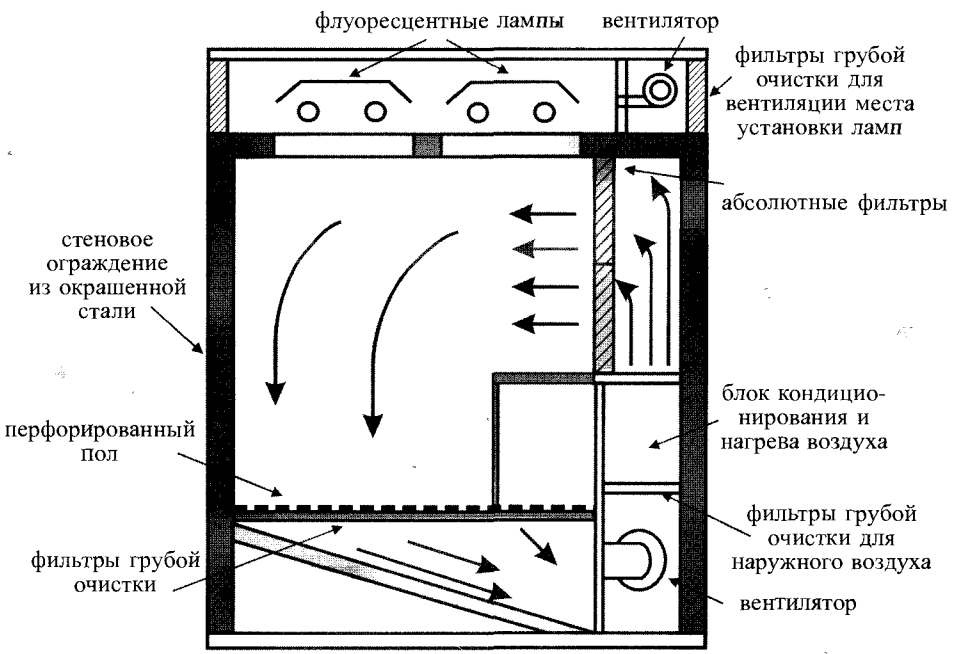


Рис. 1.3. Поперечное сечение первой чистой комнаты с однонаправленным воздушным потоком

воздуха. Концепция вентиляции чистого помещения с помощью однонаправленного потока воздуха была очень быстро реализована, поскольку ощущалась крайняя необходимость в чистых помещениях высокой степени чистоты. В 1957 году Советский Союз вывел на орбиту первый искусственный спутник Земли, и началась гонка в космосе. Стремление увеличить полезную нагрузку космических аппаратов вызвало потребность в легких миниатюрных микроэлектронных компонентах. Однако миниатюризация повысила их уязвимость по отношению к загрязнениям. Стало очевидным, что для производства полупроводниковых элементов необходима очень чистая производственная среда и что помещения с однонаправленным воздушным потоком позволяют добиться уровня чистоты на несколько порядков выше, чем это удавалось ранее. Метод вентиляции с использованием однонаправленного воздушного потока был сразу же внедрен в фармацевтическую промышленность и в больницы для изоляции пациентов и при проведении хирургических операций.

Специалисты из лаборатории Sandia при участии представителей промышленности, государственных органов и военных сформировали рабочую группу под председательством Дж. Гордона (одного из авторов этой книги) и в 1963 году предложили федеральный стандарт США 209. Этот стандарт оказал очень большое влияние на проектирование чистых помещений и явился основой для большинства появившихся во всем мире стандартов в этой области. В главе 2 этой книги можно познакомиться с большим числом существующих сейчас стандартов, созданных для удовлетворения потребностей быстро развивающейся индустрии чистых производственных помещений.

Области применения чистых помещений становятся все более многочисленными и разнообразными. Наряду с минимизацией уровня взвешенных в воздухе загрязнений часто возникает необходимость ограничить распространение опасных или токсичных соединений в воздушной среде помещений. Эта задача решается в изолирующих помещениях. Как чистые, так и изолирующие помещения должны проектироваться индивидуально, исходя из требований их конкретных применений. В разных отраслях промышленности (микроэлектронике, фармацевтической промышленности, производстве изделий медицинского назначения и биотехнологии) существуют специфические требования. Однако есть и общие для всех отраслей подходы к проектированию чистых и изолирующих помещений, которые следует обсудить перед чтением последующих глав этой книги.

ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ

Что такое чистое помещение?

Понятно, что чистое помещение – это помещение, в котором чисто. Однако в настоящее время этот термин имеет специальное значение. В федеральном стандарте США 209E чистое помещение (cleanroom) определено как[1]:

[1] Понимая особую важность этих терминов, а также в связи с тем, что уже существует несколько вариантов их перевода, мы сочли необходимым привести некоторые определения по тексту ISO 14644-1 на английском языке (*Прим. ред.*).

A room in which the concentration of airborne particles is controlled and which contains one or more clean zones.

Помещение, в котором контролируется счетная концентрация аэрозольных частиц, и которое содержит одну или более чистых зон.

Согласно стандарту ISO 14644-1, разработанному Международной Организацией по стандартизации (ISO), чистое помещение – это:

A room in which the concentration of airborne particles is controlled, and which is constructed and used in a manner to minimize the introduction, generation, and retention of particles inside the room, and in which other relevant parameters, e.g. temperature, humidity, and pressure, are controlled as necessary.

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.

Классификация чистых помещений

Чистые помещения классифицируются по степени чистоты воздуха в них. Принцип классификации, использовавшейся в федеральных стандартах США 209 вплоть до редакции с индексом D, прост в восприятии и универсален. В соответствии с ним класс чистоты помещения равен числу частиц с диаметром равным или превышающим 0,5 мкм, содержащихся в одном кубическом футе[1] воздуха классифицируемого помещения.

В упрощенном виде классификация чистых помещений по устаревшему федеральному стандарту 209D приведена в табл. 1.2. В 1992 году вышла следующая версия этого стандарта – 209E, в которой использовались метрические единицы объема. Однако классификация по стандарту 209D настолько наглядна и проста, что пройдет еще немало лет, прежде чем она будет забыта. Кроме того, вытеснять старую классификацию будет уже не версия 209E, а новый международный стандарт ISO 14644-1.

Таблица 1.2. Упрощенная классификация чистых помещений по федеральному стандарту 209D

Класс чистоты по 209D	1	10	100	1000	10 000	100 000
Число частиц ≥ 0,5 мкм в куб.футе	1	10	100	1000	10 000	100 000

Классификация ISO основана на следующем уравнении:

$$C_n = 10^N \times [0{,}1 / D]^{2{,}08},$$

[1] 1 кубический фут равен 28,3 л (*Прим. ред.*).

где C_n – максимальная допустимая концентрация частиц (в 1 м^3 воздуха), размер которых равен или больше указанного в классификации; значение C_n округляется до ближайшего целого числа, используя не более трех значимых цифр;

N – класс по ISO, не превышающий 9. Допускаются промежуточные классы с минимальным интервалом 0,1 N;

D – рассматриваемый размер частиц в мкм;

0,1 – постоянная величина, с размерностью мкм.

Уравнение выбрано таким образом, чтобы предельные концентрации частиц для размера 0,5 мкм в федеральных стандартах 209 совпадали с соответствующими концентрациями из стандарта ISO. Это позволяет гармонизировать пересчет классов чистоты между указанными системами классификации.

Диаграмма на рис. 1.4, взятая из стандарта ISO, показывает в графическом виде значения предельно допустимых концентраций частиц для различных классов чистоты помещений. Она приведена для наглядности, при вычислении точных значений следует использовать приведенное выше уравнение. В стандарте ISO также изложен способ классификации чистых помещений на основании числа сверхмелких (ultrafine) частиц (≤ 0,1 мкм) и крупных «макрочастиц» (≥ 5 мкм).

Более подробно содержание федерального стандарта 209E и нового стандарта ISO будет рассмотрено во второй главе. Во всех главах книги классы чистоты помещений приводятся одновременно в соответствии с устаревшим стандартом 209D и новой классификацией ISO.

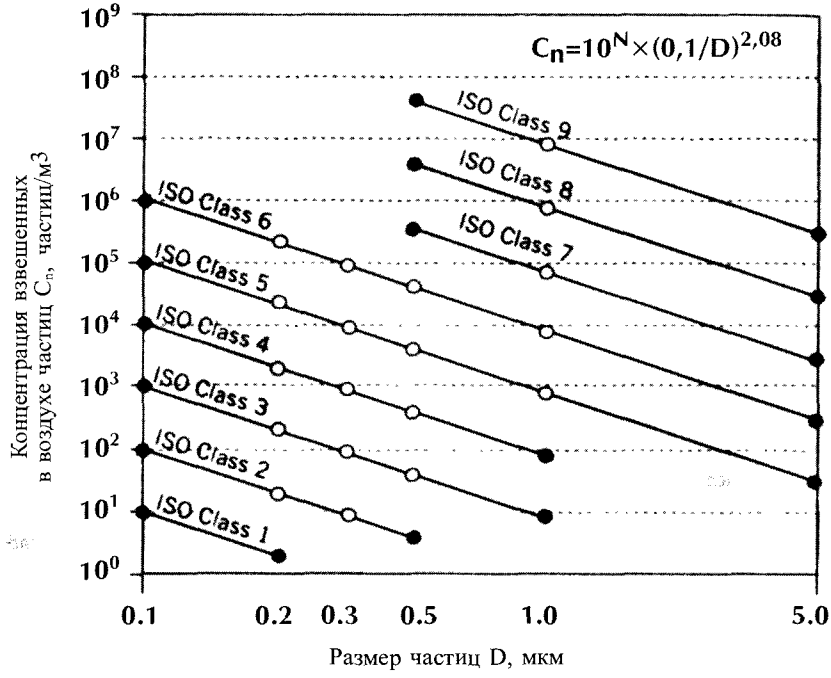


Рис. 1.4. Графическое представление классов чистоты помещений по стандарту ISO 14644-1

Необходимо четко понимать, что уровень загрязнения воздуха зависит от происходящих в помещении процессов, в ходе которых образуются частицы. В пустом помещении можно достичь очень низкой концентрации аэрозольных частиц, которая практически соответствует качеству подаваемого в него воздуха и, соответственно, эффективности воздушных фильтров. Если в помещении установлено оборудование и тем более, если оно работает, то концентрация частиц увеличивается, однако наибольших значений она достигает в помещениях, где проводятся все предусмотренные технологическим процессом операции. Поэтому класс чистоты изменяется в зависимости от состояния, в котором находится чистое помещение[1]:

- *построенное* (as built):

  condition where the installation is complete with all services connected and functioning, but with no production equipment, materials, or personnel present.

  состояние, в котором чистое помещение со всей инфраструктурой полностью смонтировано, все инженерные системы подключены и функционируют, но отсутствует технологическое оборудование, материалы и персонал.

- *оснащенное* (at rest):

  condition where the installation is complete with equipment installed and operating in a manner agreed upon by the customer and supplier, but with no personnel present.

  состояние, в котором чистое помещение полностью укомплектовано технологическим оборудованием, работающим в соответствии с соглашением между заказчиком и исполнителем, но персонал отсутствует.

- *функционирующее* (operational):

  condition where the installation is functioning in the specified manner, with the specified number of personnel present and working in the manner agreed upon.

  состояние, в котором чистое помещение функционирует установленным образом в присутствии штатного количества персонала, выполняющего свои предписанные рабочие функции.

Классы чистоты помещений, используемых в различных отраслях

Требуемый класс чистоты помещения зависит от тех задач, которые будут в нем решаться – чем чувствительнее к загрязнениям производимая продукция, тем выше должен быть уровень чистоты помещения. Приведенные в табл. 1.3 примеры позволяют представить себе взаимосвязь класса чистоты помещения и осуществляемых в нем технологических операций.

Разумеется, указанные в таблице классы чистоты носят ориентировочный характер. При проектировании следует обратить особое внимание на то, чтобы не переоценить требуемый уровень чистоты, поскольку это очень сильно отражается на цене.

[1] См. сноску на стр. 15. (*Прим. ред.*).

Таблица 1.3. Примерные требования к классу чистоты помещений для различных производств

Класс 1	Только производство интегральных микросхем с субмикронной геометрией.
Класс 10	Производство интегральных микросхем с расстоянием между проводниками менее 2 мкм.
Класс 100	Асептическое производство инъекционных препаратов, требующее отсутствия микроорганизмов и частиц. Хирургические операции по имплантации или трансплантации органов. Изоляция пациентов с иммунным дефицитом, в том числе после пересадки костного мозга.
Класс 1 000	Производство оптических элементов высокого класса. Сборка и испытания прецизионных гироскопов. Сборка миниатюрных подшипников.
Класс 10 000	Сборка прецизионного гидравлического и пневматического оборудования, клапанов с сервоприводами, высокоточных часовых механизмов, трансмиссий высокого качества.
Класс 100 000	Оптическое производство, сборка электронных компонентов, сборка гидравлических и пневматических устройств.

Типы чистых помещений и зон

Чистые помещения и зоны можно разделись на четыре основных типа. Их особенности схематически представлены на рис. 1.5 – 1.8.

1. *Турбулентно вентилируемое чистое помещение.* Их также называют чистыми помещениями с неоднонаправленным воздушным потоком или помещениями с обычной вентиляцией. Отличаются традиционным методом подачи воздуха – через воздухораспределители или фильтры на потолке (см. рис. 1.5).
2. *Чистое помещение с однонаправленным воздушным потоком.* Ранее употреблялся термин «ламинарный поток». На рис. 1.6 показано, как чистый воздух подается в помещение через систему высокоэффективных фильтров и проходит через помещение, сохраняя направление движения.
3. *Чистое помещение со смешанным потоком.* Как видно из рис. 1.7, этот тип представляет собой турбулентно вентилируемое чистое помещение, но там, где продукт может подвергнуться загрязнению, используется лабораторный шкаф (бокс) с однонаправленным воздушным потоком.
4. *Изоляторы или минизоны.* Используются внутри чистого помещения, чтобы обеспечить более высокий уровень защиты от загрязнений. На рис. 1.8 изображен изолятор с однонаправленным воздушным потоком, но возможно использование и турбулентно вентилируемых изоляторов. Точно также вместо изображенных нарукавных перчаток могут использоваться полускафандры.

Турбулентно вентилируемые чистые помещения

На рис. 1.9 приведена схема турбулентно вентилируемого чистого помещения. Принципы организации вентиляции в чистых помещениях этого типа такие же, как и в большинстве обычных помещений с кондиционированием воздуха, например, в офисах и магазинах. Воздух в них подается системой кондиционирования через установленные на потолке воздухораспределители. Однако турбулентно вентилируемые чистые помещения отличаются от обычных помещений с кондиционированием воздуха некоторыми особенностями:

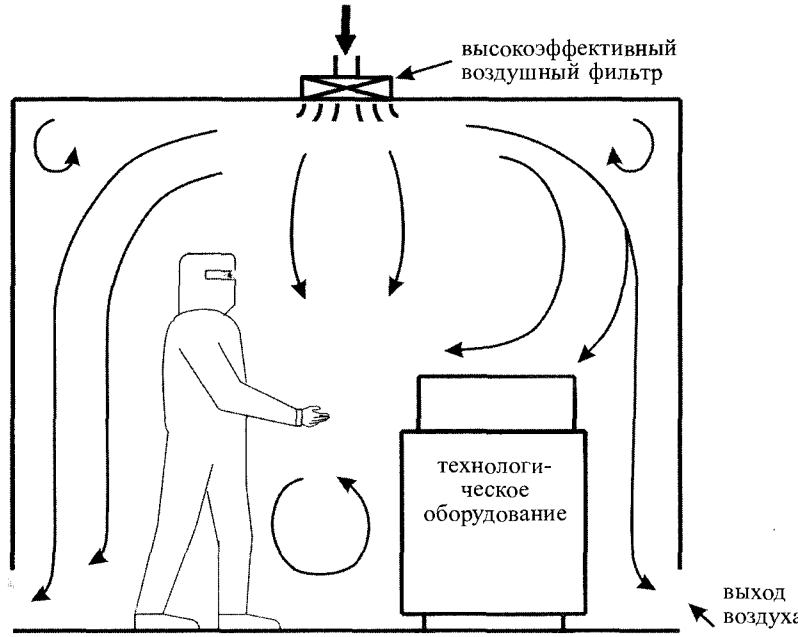


Рис. 1.5. Чистое помещение с обычным (неоднонаправленным) воздушным потоком

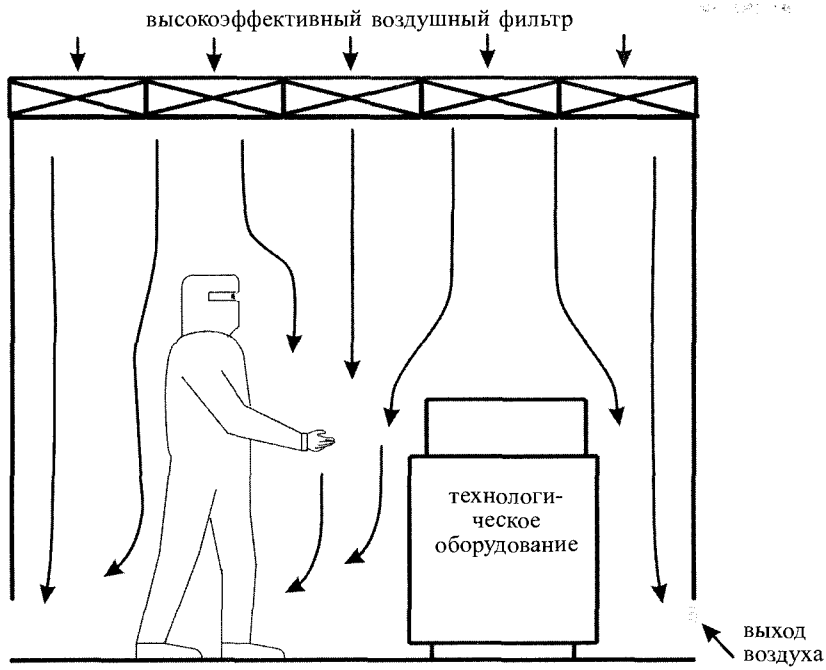


Рис. 1.6. Чистое помещение с вертикальным однонаправленным воздушным потоком

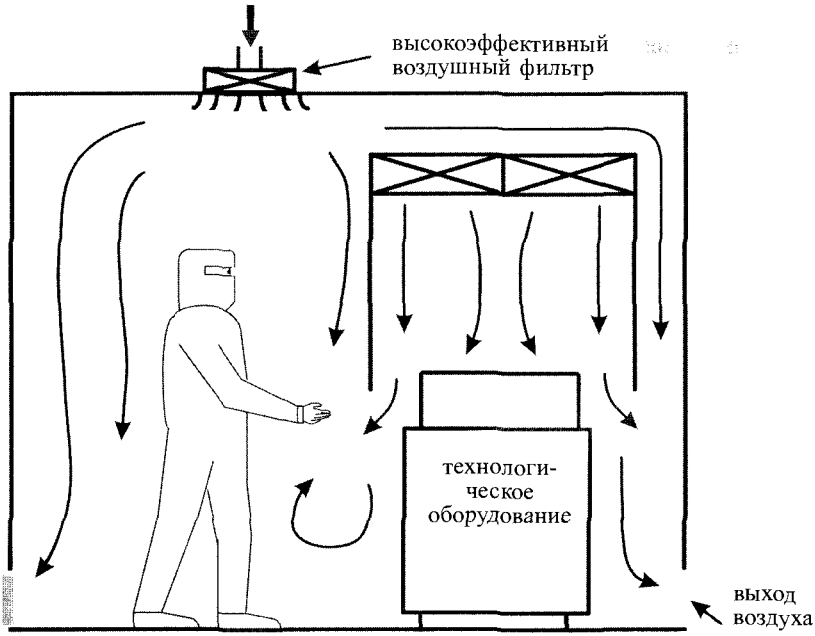


Рис. 1.7. Чистое помещение со смешанным воздушным потоком: внутри турбулентно вентилируемого помещения критическая зона защищена однонаправленным воздушным потоком

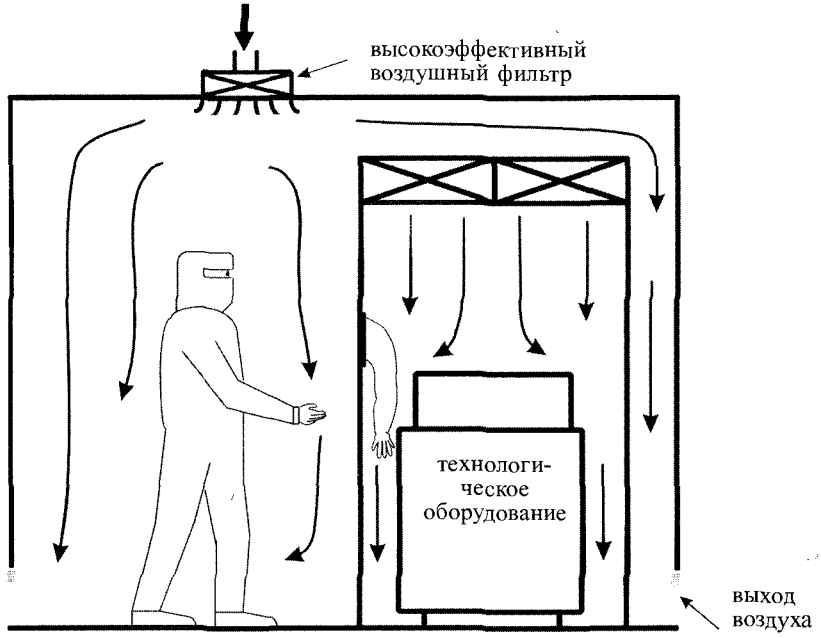


Рис. 1.8. Использование изолятора для защиты производственной зоны

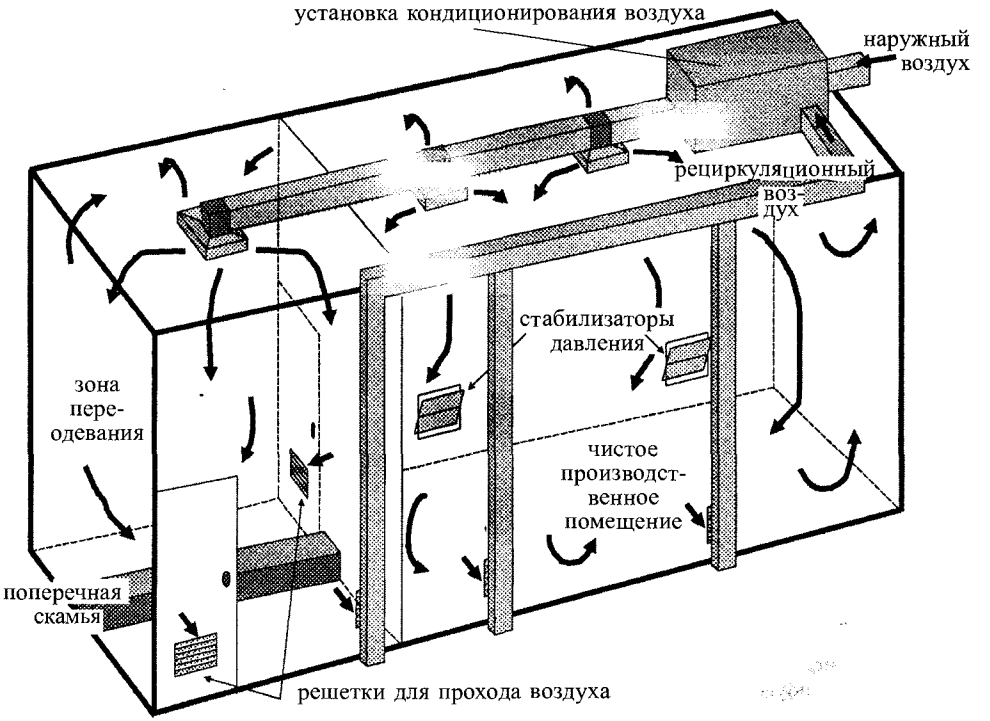


Рис. 1.9. Схема турбулентно вентилируемого чистого помещения

1. Увеличение количества подаваемого в помещение воздуха. Офисы или магазины должны снабжаться только таким количеством воздуха, которое достаточно для создания комфортных условий труда; как правило, кратность воздухообмена (в час) в них находится в пределах от 2 до 10. В то же время в турбулентно вентилируемых чистых помещениях желательно иметь величину кратности воздухообмена от 10 до 100. Это дополнительное количество воздуха необходимо для разбавления содержащихся в воздухе загрязнений до приемлемой концентрации.
2. Высокоэффективные фильтры. В чистых помещениях используют гораздо более эффективные воздушные фильтры, чем в офисных и других помещениях. Эффективность используемых в чистых помещениях фильтров для удаления из воздушной среды частиц размером более 0,3 мкм обычно превышает 99,97%. Эти фильтры известны как HEPA (High Efficiency Particle Air) фильтры. В производстве изделий микроэлектроники применяются еще более эффективные ULPA (Ultra Low Penetration Air) фильтры, т. е. фильтры с ультранизкой проницаемостью.
3. Финишные воздушные фильтры. В чистых помещениях высокоэффективные фильтры устанавливаются в местах ввода воздуха в помещение. В системах кондиционирования воздуха, применяемых в офисах и подобным им помещениях, фильтры размещают непосредственно за системой кондиционирования воздуха, что не исключает возможности проникновения загрязнений в помещение через воздуховоды или генерации частиц их внутренними поверхностями.

4. Избыточное давление и решетки для прохода воздуха. Для того чтобы исключить попадание воздуха в чистое помещение из смежных, более загрязненных участков, в нем должно быть создано избыточное давление воздуха по отношению к соседним, менее чистым помещениям. Этого можно достичь, подавая в помещение больше воздуха, чем удаляется через вытяжную вентиляцию, или удаляя подаваемый воздух через смежные помещения. Для обеспечения в блоке чистых помещений правильных перепадов давления и требуемого направления движения воздуха – от более чистых зон к менее чистым – решетки для прохода воздуха или демпфирующие устройства обычно устанавливают в нижней части дверей и стен.

Важным признаком, указывающим на то, что перед нами чистое помещение, является отделка его поверхностей. Материалы для отделки внутренних поверхностей должны легко поддаваться очистке и не являться источником частиц. Поверхности должны быть выполнены таким образом, чтобы обеспечить доступ к ним во время уборки и исключить накапливание загрязнений в полостях и щелях, например, при использовании напольных покрытий или утопленных в нишах светильников.

Чистота воздуха в турбулентно вентилируемом помещении зависит от объема воздуха, подаваемого в помещение в единицу времени, и эффективности его перемешивания. Вообще говоря, объема подаваемого в чистое помещение воздуха обычно хватает для того, чтобы обеспечить его хорошее перемешивание, и в итоге чистота воздуха будет зависеть только от его количества и качества. Важно понимать, что в турбулентно вентилируемом помещении уровень чистоты зависит от количества подаваемого воздуха, а не от кратности воздухообмена.

Чистота воздуха также связана с генерацией аэрозольных загрязнений, выделяемых технологическим оборудованием и работающим в чистом помещении персоналом. Чем больше людей находится в помещении, чем активнее совершаемые персоналом действия и чем хуже качество используемой одежды, тем выше загрязненность воздуха в помещении. Человек, переходящий в чистом помещении с места на место и одетый в спецодежду, неэффективно предотвращающую распространение загрязнений, например, в спецовку или лабораторный халат, может в среднем генерировать в минуту около 2×10^6 частиц размером $\geq 0{,}5$ мкм, около 300 000 частиц размером $\geq 5{,}0$ мкм и около 160 частиц – носителей микроорганизмов. Если человек одет в правильно изготовленную одежду (комбинезон, обувь до колен, шлем и пр.), выполненную из материалов, эффективно задерживающих загрязнения, то средняя генерация частиц размером $\geq 0{,}5$ мкм, $\geq 5{,}0$ мкм и частиц – носителей микроорганизмов в минуту сократится на 50%, 88% и 92% соответственно. Информация о генерации частиц оборудованием, работающим в чистом помещении, крайне скудна, но можно считать, что эта величина достигает нескольких миллионов частиц размером $\geq 0{,}5$ мкм в минуту.

Если эффективность финишных воздушных фильтров близка к 100%, то уровень чистоты воздуха в турбулентно вентилируемом чистом помещении приблизительно можно определить с помощью следующего уравнения:

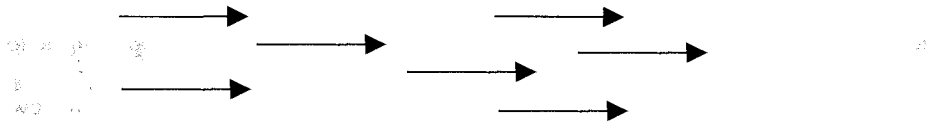
$$\text{Концентрация аэрозольных загрязнений (частиц/м}^3\text{)} = \frac{\text{число частиц (или бактерий), генерируемых в минуту}}{\text{объем подаваемого воздуха * (м}^3\text{/мин)}}$$

* включая воздух, поступающий из ламинарных шкафов, боксов и др. подобных устройств

Турбулентно вентилируемые чистые помещения в режиме эксплуатации могут достичь уровня чистоты класса ISO 6 (класс 1000), но чаще всего обеспечивают класс ISO 7 (класс 10 000). Для того чтобы в функционирующем чистом помещении получить уровень чистоты выше класса ISO 6 (класс 1000), требуется бóльшая степень разбавления генерируемых частиц. Этого можно достичь с помощью однонаправленного воздушного потока.

Чистые помещения с однонаправленным потоком воздуха

Однонаправленный поток воздуха используется в чистых помещениях в тех случаях, когда требуется обеспечить низкие концентрации частиц или микроорганизмов. Этот тип потока раньше был известен под названием «ламинарный». Воздушный поток движется через весь объем помещения в одном направлении, горизонтальном или вертикальном, с равномерной скоростью, обычно равной 0,3 – 0,5 м/с (60 футов/мин – 100 футов/мин).



Такой тип воздушного потока способен сразу удалять аэрозольные загрязнения, тогда как система с турбулентной вентиляцией основана на смешивании и разбавлении загрязнений поступающим воздухом. В теоретически возможном случае – пустом помещении, где нет препятствий для движения воздуха, загрязнения можно быстро удалить и при скоростях потока, которые меньше указанных выше. Однако в функционирующем чистом помещении установлено оборудование, препятствующее движению воздушного потока. Препятствием является и перемещающийся около оборудования персонал. Преграды могут вызвать превращение однонаправленного потока в турбулентный, а вокруг естественных препятствий могут образоваться области локальной рециркуляции воздуха. Перемещение персонала также способствует превращению однонаправленного потока воздуха в турбулентный. В турбулентных участках концентрация загрязнений может повыситься, поэтому скорость воздушного потока в такой зоне необходимо поддерживать в диапазоне 0,3 – 0,5 м/с (от 60 до 100 футов/мин), что дает возможность быстро восстановить нарушенный однонаправленный воздушный поток и разбавить загрязнения в турбулентных участках вокруг препятствий.

Однонаправленный воздушный поток достаточно точно характеризуется скоростью воздуха, поскольку чем выше скорость, тем выше класс чистоты помещения. Кратность обмена воздуха связана с объемом помещения, т. е. с высотой потолка и поэтому является некорректным параметром для характеристики однонаправленного потока.

В чистых помещениях с однонаправленным потоком воздуха кратность обмена гораздо выше (от 10 до 100 раз), чем в турбулентно вентилируемых чистых помещениях. Следовательно, строительство и эксплуатация таких чистых помещений обходится гораздо дороже.

Чистые помещения с однонаправленным потоком бывают двух типов: с горизонтальным или вертикальным потоком воздуха. В системе с горизонтальным потоком воздух направлен от стены к стене, а с вертикальным – от потолка к полу.

На рис. 1.10 представлена схема чистого помещения с вертикальным однонаправленным потоком воздуха. По схеме можно видеть, что воздух подается через группу высокоэффективных воздушных фильтров, размещенных на потолке чистого помещения,

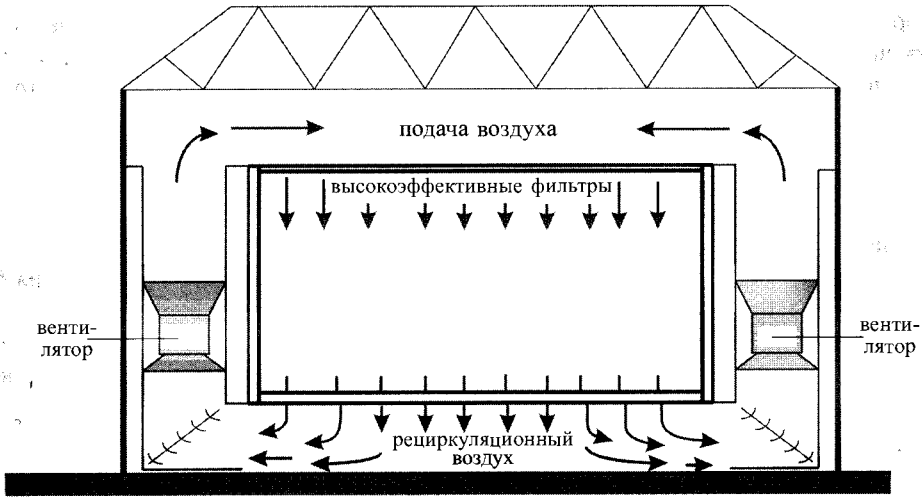


Рис. 1.10. Чистое помещение с вертикальным однонаправленным потоком воздуха

проходит вертикально вниз через все помещение и покидает его через перфорированный пол. На рисунке показан выход воздуха через всю поверхность пола, однако часто можно встретить помещения, в которых воздух выходит наружу через решетки, расположенные на различных участках пола. Если площадь помещения невелика, можно использовать и альтернативный способ размещения решеток – в нижней части стен. Покинувший помещение воздух поступает на рециркуляцию, т. е. смешивается с некоторым количеством подаваемого снаружи свежего воздуха, и вновь направляется через высокоэффективные воздушные фильтры в чистое помещение.

Большинство чистых помещений с однонаправленным потоком воздуха используют вертикальный поток, что обеспечивает быстрое удаление из комнаты образующихся в ней частиц. Горизонтальный тип однонаправленного потока, представленный на рис. 1.11, не столь популярен. Это связано с тем, что любое загрязнение, источник

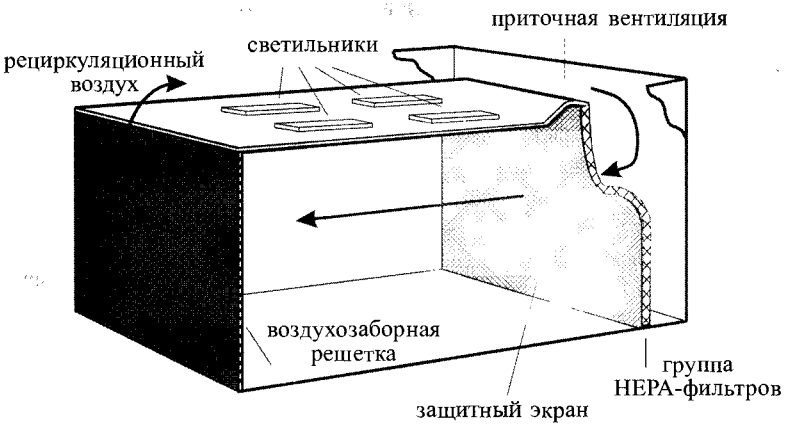
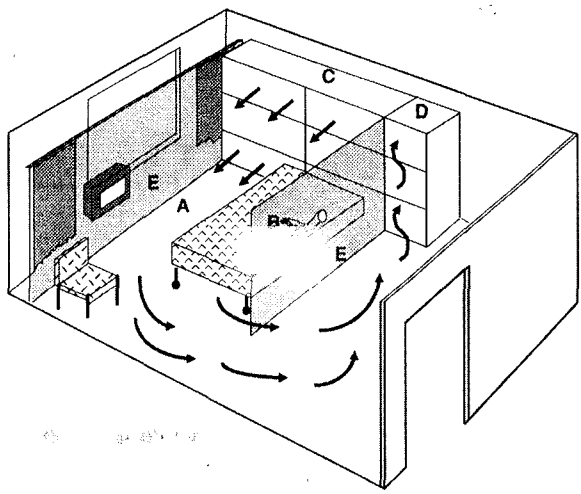


Рис. 1.11. Чистое помещение с горизонтальным однонаправленным потоком

которого находится вблизи фильтров, в условиях горизонтального потока будет проходить через помещение и может попасть на продукт. В то же время площадь стены в большинстве помещений, как правило, гораздо меньше площади потолка; это означает, что комнаты с горизонтальным воздушным потоком – их строительство и эксплуатация – будут дешевле по сравнению с помещениями с вертикальным воздушным потоком. Если чистое помещение с горизонтальным потоком можно спланировать таким образом, чтобы наиболее критические операции проводились в непосредственной близости к воздушным фильтрам, а более «грязные» операции – в другом конце помещения, т. е. там, где расположена вытяжка, то этот тип чистого помещения будет оптимальным. Примером такого размещения является палата для больных, чувствительных к микробным инфекциям (см. рис. 1.12), в которой кровать пациента расположена непосредственно около фильтров, а помещение для медсестер и докторов – далее по ходу движения воздушного потока.

Чистые помещения со смешанным потоком

Этот тип помещения представляет собой турбулентно вентилируемое чистое помещение, в котором критические производственные операции проводятся в условиях более высокого уровня чистоты воздуха, который обеспечивается устройством с однонаправленным воздушным потоком, например, лабораторным шкафом (боксом). Помещения со смешанным потоком очень популярны, так как в них наилучшие условия обеспечиваются только там, где это необходимо, что приводит к существенному снижению стоимости помещения и эксплуатационных затрат. На рис. 1.13 представлен лабораторный шкаф с горизонтальным потоком воздуха, предоставляющий возможность ограничивать загрязнения наиболее простым и эффективным методом – загрязнения, генерируемые оператором, не могут попасть в зону критической операции, поскольку она расположена выше по ходу воздушного потока. Кроме приведенного примера, существует множество устройств с вертикальным воздушным потоком, различающихся лишь размерами и позволяющими окружить места проведения различных технологических операций или крупные агрегаты потоком чистого воздуха.



A – зона, изолирующая пациента
B – нарукавные перчатки
C – блок HEPA-фильтров
D – вентилятор
E – перегородка

Рис. 1.12. Больничная палата с горизонтальным однонаправленным потоком воздуха

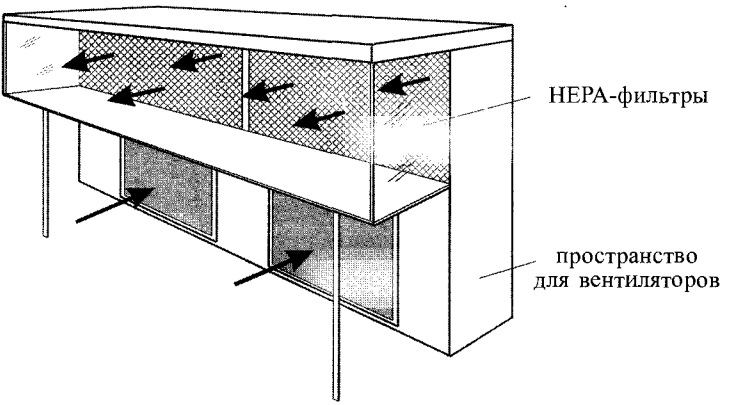


Рис. 1.13. Лабораторный шкаф с горизонтальным потоком воздуха

Изоляторы или минизоны

Работы с представляющими опасность токсичными веществами или микроорганизмами много лет проводятся к боксах, снабженных перчатками. В пластиковых изоляторах, предотвращающих попадание во внутренний объем микроорганизмов, на протяжении уже десятилетий выращивают СПФ-животных[1]. Подобные устройства не нуждаются, вообще говоря, в потоке воздуха для предотвращения загрязнений, поскольку эту функцию выполняют их стенки – металлические или пластиковые. Этот принцип изоляции с очевидностью обеспечивает прекрасные барьерные свойства, поэтому его применение в современных чистых технологиях неуклонно расширяется. В фармацевтической промышленности такие разработки называются изоляторы (isolators) или барьерные технологии (barrier technologies), а в полупроводниковом производстве используют термин минизоны (minienvironments).

На рис. 1.14 показана система соединенных между собой изоляторов, типичных для фармацевтической промышленности. Персонал проводит чистые операции внутри них либо размещаясь в полускафандрах, либо используя нарукавные перчатки, при этом листы пластика являются барьером, не позволяющим загрязнениям проникнуть внутрь. Воздух внутри изоляторов стерилен и очищен от аэрозольных частиц с помощью высокоэффективных фильтров; для предотвращения проникновения наружных загрязнений внутри поддерживается повышенное давление воздуха. В данной схеме контейнеры попадают внутрь изолятора через стерилизующий туннель. Дальнейшие операции – розлив, укупоривание, лиофилизированная сушка и выходной контроль проводятся в отдельных (но соединенных между собой) изоляторах.

Другая разработка, применяемая в полупроводниковой промышленности, использует принцип SMIF (Standard Mechanical Interface Format), т. е. устройства стандартного механического интерфейса. Используя эту систему, кремниевые пластины можно транспортировать между обрабатывающими их установками в контейнерах специальной конструкции, которая исключает возможность загрязнения пластин наружным воздухом.

---

[1] СПФ-животные – животные, свободные от патогенной флоры (*Прим. ред.*).

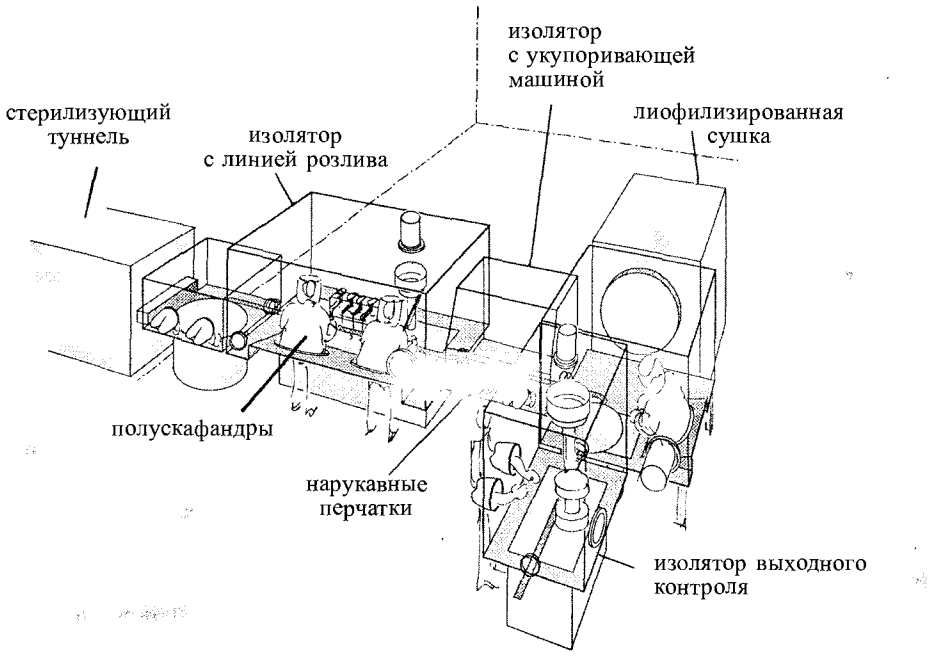


Рис. 1.14. Система соединенных между собой изоляторов

Контейнеры с пластинами загружают в установку через механическое устройство сопряжения, обрабатывают, а затем снова загружают в другой контейнер, который вынимается, переносится на следующую установку и загружается уже в ее интерфейс. Эта система будет более подробно обсуждаться далее в главе 3.

ЛОКАЛИЗАЦИЯ ЗАГРЯЗНЕНИЙ

Чистые помещения служат для защиты производимой в них продукции от загрязнений. Однако в ходе некоторых технологических процессов образуются токсичные химические вещества или опасные бактерии, которые не должны выходить за пределы чистой зоны. Такая ситуация возможна на предприятиях фармацевтической промышленности, где высокоактивные фармацевтические препараты, например, гормональные, должны содержаться в чистой среде, но не должны контактировать с оператором. Другим примером являются помещения для биотехнологических производств, где находятся микроорганизмы, на которые воздействовали методами генной инженерии. Принцип работы микробиологических лабораторий, имеющих дело с опасными микроорганизмами, состоит в недопустимости инфицирования не только работающего в них персонала, но и людей, проходящих мимо этих лабораторий.

Технология проектирования помещений для изолирующих технологий аналогична технологии проектирования обычных чистых помещений, поскольку это зачастую те же чистые помещения, но с установленным в них изолирующим оборудованием.

Изолирующие помещения и боксы

На рис. 1.15 в качестве примера приводится изолирующее помещение, которое может использоваться для работы с микроорганизмами, опасными не только для здоровья персонала, работающего внутри, но и для любого человека, проходящего мимо этого помещения. Из рисунка видно, что в помещение подается чистый воздух, но его количество должно быть меньше количества воздуха, выходящего через вытяжную вентиляцию. Таким образом, в изолирующем помещении будет поддерживаться отрицательное давление, и воздух всегда будет поступать в него извне. Выходящий из помещения воздух перед выбросом во внешнюю среду должен пройти через высокоэффективный фильтр.

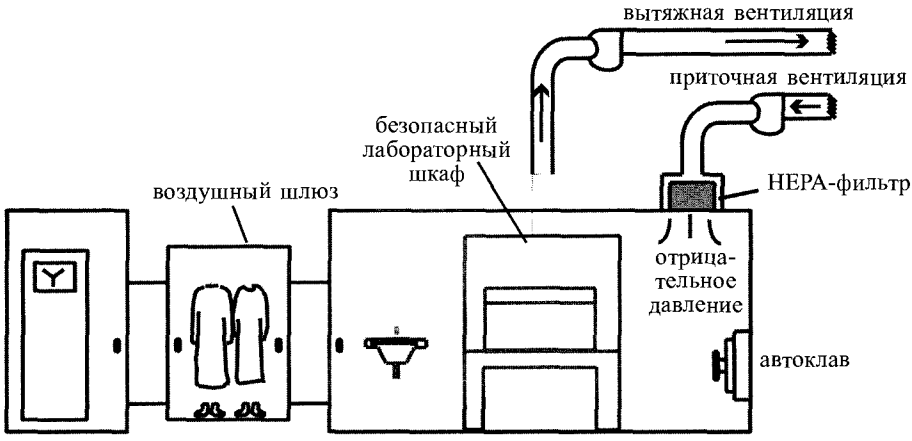


Рис. 1.15. Изолирующее помещение

Внутри такого помещения могут устанавливаться лабораторные шкафы (боксы) для безопасной работы с микроорганизмами. Боксы класса I или II используются в помещениях с невысокой степенью риска. В зонах высокого риска рекомендуется использовать шкафы класса III. На рис. 1.16 схематически представлены три существующих типа изолирующих боксов, причем показаны не только схемы движения воздушных потоков, но и принцип обеспечения безопасной изоляции.

Если класс чистоты, который требуется поддерживать внутри бокса, аналогичен классу чистоты самого чистого помещения, можно использовать бокс класса I, так как в нем изоляция загрязнений внутри бокса обеспечивается воздушным потоком, поступающим из помещения. Если же внутри бокса необходим более высокий класс чистоты, чем в помещении, следует использовать бокс класса II. Его конструкция обеспечивает поток профильтрованного воздуха над изделием и в то же время гарантирует, что воздух не будет выходить за пределы бокса. Для того чтобы гарантировать надежную работу боксов класса II, необходимо уделить особое внимание балансу воздушных потоков. Если при этом не требуются особенно чистые условия, лучше использовать бокс класса I, так как в нем баланс потоков воздуха намного устойчивее.

Еще одной особенностью, характерной для изолирующих чистых помещений, является воздушный шлюз, позволяющий персоналу менять спецодежду и сводить к минимуму утечку воздуха из изолирующего помещения. Для стерилизации загрязненных материалов возможна установка передаточного автоклава.

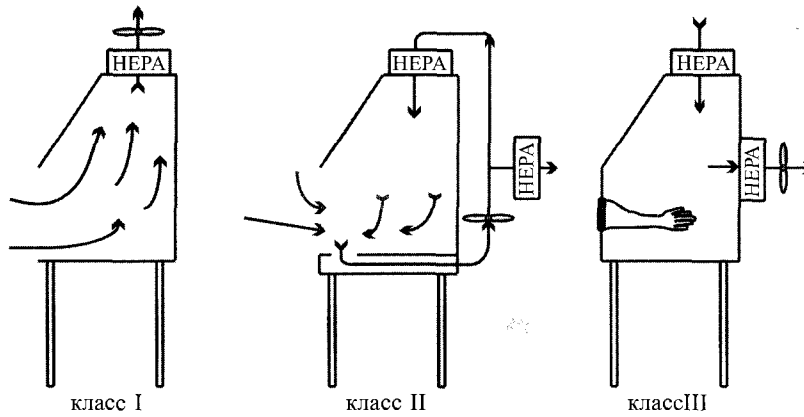


Рис. 1.16. Изолирующие лабораторные шкафы (боксы)

Другие варианты изолирующих чистых помещений могут соответствовать более высокому или более низкому классу чистоты, в зависимости от степени риска, который определяется свойствами используемых или исследуемых токсичных, химических или микробиологических веществ. В помещениях с меньшей степенью риска можно не использовать воздушные шлюзы или передаточные автоклавы, а для создания отрицательного давления достаточно вытяжки, имеющейся в боксе класса I. В помещениях с высокой степенью риска необходимо устанавливать боксы класса III, а между воздушным шлюзом и чистым помещением может потребоваться установка воздушного душа. В особо опасных ситуациях персонал должен носить спецодежду, снабженную устройством подачи профильтрованного воздуха.

ПОДАЧА В ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЕЙ И ГАЗОВ

Для того чтобы гарантировать отсутствие загрязнений в производимой в чистом помещении продукции, необходимо быть уверенным в том, что не только воздух, но и поступающие в помещение технологические газы и жидкости не содержат загрязнений. Большие объемы чистой воды требуются как фармацевтическому производству для приготовления растворов, так и микроэлектронной промышленности для промывки кремниевых пластин. Кроме того, полупроводниковое производство использует различные технологические газы, которые должны соответствовать очень высокому уровню чистоты. Эти вопросы будут более подробно рассмотрены ниже, в отдельных главах этой книги.

БЛАГОДАРНОСТИ

Рисунок 1.2 воспроизведен из British Journal of Surgery с разрешения издателей Buttrworth and Co. Рисунок 1.14 воспроизведен с разрешения компании La Cathene Ltd.

2

Международные стандарты по проектированию чистых помещений

О. МЁЛЛЕР (A. MÖLLER)

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая глава посвящена стандартам, регламентам, нормам и рекомендациям, которые имеются в мировой практике и должны приниматься во внимание при проектировании чистых помещений. При изложении материала главы эти документы разделены на три группы, а именно

- стандарты общетехнического содержания,
- стандарты по биозагрязнениям и для фармацевтической промышленности,
- стандарты по изоляции загрязнений (*containment standards*).

Ниже описываются относящиеся к названным группам стандарты, действующие в настоящее время, а также некоторые более ранние, но полезные документы. Следует, однако, отметить, что стандарты по чистым помещениям для международного использования разрабатываются Международной Организацией по стандартизации (ISO), а для использования в пределах Европейского Союза – Европейским Комитетом по стандартизации (CEN). Ниже приводится информация относительно этой работы, продолжающейся и в настоящее время.

Наряду с информацией о стандартах в этой главе дан список ссылок на монографии, стандарты и руководства, а также список сокращений и адреса разработчиков обсужденных документов.

Таким образом, цель этой главы – описать хорошо известные, устоявшиеся стандарты и дать читателю информацию относительно готовящихся международных стандартов, материалы которых следует учитывать при проектировании чистых помещений.

СТАНДАРТЫ ПО ЧИСТЫМ ПОМЕЩЕНИЯМ

Перечисление стандартов, методик и технических регламентов

В этой главе слово *стандарт* используется как общий термин для документов подобного значения. В некоторых случаях существует официальный национальный или

международный стандарт, в то время как в других случаях директивные органы разраб тали только рекомендацию, технические условия или руководство. Существуют такж внутренние стандарты или регламенты, однако и такие документы могут использоватьс в международной практике как, например, военные технические регламенты США.

Наиболее хорошо известным и широко использовавшимся в мире стандартом п чистым помещениям являлся федеральный стандарт США FS 209, который впервые бы выпущен в 1963. Первоначально, в момент публикации, он не был полноправным стан дартом в общепринятом значении этого слова, поскольку главная его часть не была обязательной. Интересно, что его самая последняя версия, 209E, которая была выпущена в сентябре 1992, является официальным стандартом, но имеет намного более ограниченную область применения, чем предыдущие версии.

Стандарты, разработанные для проектирования чистых помещений, являются частью более всеобъемлющей группы стандартов *по борьбе с загрязнениями и контролю над их уровнем*[1]. Существует детальный перечень большого количества доступных стандартов по контролю загрязнений, который был издан Институтом исследования окружающей среды и технологии (IEST) в США и известен как «Справочник по стандартам, практическим рекомендациям, методикам и другим аналогичным документам по контролю загрязнений» (Compendium of standards, practices, methods and similar documents relating to contamination control. IEST-CC-009). Версия 1993 года охватывает 276 стандартов, из которых 143 разработаны вне США. Этот сборник, IEST RP 009.2, имеет удобное разбиение документов по рубрикам. В нем также приведены полные адреса, обратившись по которым можно купить внесенные в перечень документы. Это пересмотренное издание намного информативнее, чем более ранние, однако мы должны учитывать, что список всех стандартов по чистым помещениям никогда не будет полным, так как все время разрабатываются новые или пересматриваются действующие стандарты.

В течение последних 5-10 лет в основных технически развитых странах ежегодно появлялось приблизительно 30 новых или пересмотренных стандартов по чистым помещениям, охватывающих различные приложения и написанных на дюжине различных языков. Эта «экспансия» будет теперь ограничена благодаря работе CEN и ISO над общими, международными стандартами.

Кто создает стандарты по чистым помещениям?

Стандарты по контролю загрязнений до 1990-х гг. были написаны, главным образом, для использования в тех же странах, где они создавались. Большая работа была проделана национальными органами по стандартизации в Соединенных Штатах, европейских странах и Японии (см. список в конце этой главы).

Национальные общества по контролю загрязнений (в 1998 г. их было 16) также выполнили важную работу по созданию стандартов. Их конфедерация – Международная конфедерация обществ по контролю загрязнений (International Confederation of Contamination Control Societies – ICCCS) – одной из своих целей имеет поддержку меж-

---

[1] Устоявшийся перевод термина «*contamination control standards*» – *стандарты по контролю загрязнений* является не совсем верным, точнее, неполным. Указанный термин следует понимать как *сдерживание загрязнений, борьба с загрязнениями*. Тем не менее, далее в уже вошедших в практику названиях этот термин будет использоваться и в традиционном переводе (*Прим. ред.*).

дународных стандартов по чистым помещениям. В этой работе ICCCS тесно взаимодействует с ISO.

В то же время стандарты по чистым помещениям создавались некоторыми международными организациями, такими как ISO, FIP и WHO (см. конец главы с объяснениями сокращений), и европейскими организациями, подобными Evrovent и PIC, которые охватывают около дюжины стран. В последнее время большая работа по стандартам ЕС была выполнена Европейским Комитетом по стандартизации CEN, а по международным стандартам – комитетом Международной Организации по стандартизации (ISO). В течение нескольких лет эта работа CEN и ISO должна полностью изменить структуру основных стандартов по контролю загрязнений.

Разработка международных стандартов по чистым помещениям

Начало. В больницах о проблемах загрязнения знали с давних пор. Начиная с девятнадцатого столетия было известно, что микроорганизмы вызывают инфекционные заболевания. Между 1940-ми и 1960-ми годами в больницах были выполнены исследования, продемонстрировавшие связь между находящимися в воздухе микроорганизмами и уровнем инфекции, а в начале 1960-х годов были созданы стандарты по чистым помещениям для больниц.

Разработка стандартов по чистым помещеиияm для промышленности началась в 1950-е годы в США. Для военного использования был разработан HEPA-фильтр и введены военные стандарты по чистым помещениям. Примером этого является стандарт, написанный для испытания HEPA-фильтров научно-исследовательским подразделением по вооружению армии США (US Army Armament R&D) и датированный 1950 г.

В те времена воздух в помещении проверялся путем его прокачивания через мембранный фильтр и подсчета числа частиц на поверхности фильтра под микроскопом. Для разработки стандартов по чистым помещениям более высокого уровня требовалась разработка прибора, лучше и быстрее решающего задачу подсчета частиц, и в конце 1950-х годов появились и стали доступными приборы, действующие на принципе рассеяния света частицами. Они были названы оптическими счетчиками частиц (optical particle counter) или счетчиками отдельных (дискретных) частиц (discrete particle counter). Таким образом, был дан старт новой эре классификации чистого воздуха и чистых помещений.

В течение 1960-х годов были предприняты первые шаги по разработке стандартов по чистым помещениям. Важную роль сыграло начало космической эры; запуск спутника в 1957 дал старт космической гонке между СССР и США. В январе 1962 года появилось первое сообщение об очень важной концепции «ламинарного» или однонаправленного потока, которая была развита в фирме Sandia Corporation (США). В декабре 1963 г. было опубликовано первое издание федерального стандарта США 209.

Перед разработкой федерального стандарта 209 в Соединенных Штатах и других странах было издано несколько военных стандартов (главным образом для ВВС) и технических регламентов. В начале 1960-х годов для борьбы с проблемами, вызваиными загрязнениями, технические регламенты были введены в шведских военно-воздушных силах. В конце 1960-х годов с разработки стандарта по HEPA-фильтрам начала свою деятельность по стандартизации Американская Ассоциация по контролю загрязнеиий. Были созданы ассоциации по контролю загрязнений еще в нескольких странах, причем одной из их целей являлась разработка стандартов по чистым помещениям.

В течение 1970-х годов много стандартов по чистым помещениям было разработано в Соединенных Штатах, а также в Японии, Великобритании, Франции и Германии. Европейские организации, подобные Evrovent и PIC, также участвовали в разработке стандартов по чистым помещениям. Были активны и национальные органы по стандартизации. В это же время были изданы стандарты по технике безопасности, классам безопасности (P1-P4) и оборудованию для работы с биологически активными веществами (изолирующие боксы классов I-III).

Сегодня. Между 1960-ми и 1990-ми годами число стандартов по чистым помещениям в США, Европе и Японии заметно выросло. Ранее упомянутый справочник по всем стандартам по чистым помещениям (IEST RP-009), изданный в 1993 году, сообщал о 276 официальных стандартах, что было вдвое больше числа стандартов, указанных в издании 1984 года. Число стандартов по чистым помещениям, изданных в Соединенных Штатах, по данным RP-009, составило 167; таким образом, США в этом справочнике доминируют.

Чтобы избежать путаницы, вызванной обилием аналогичных по содержанию стандартов, разработанных в разных странах, и преодолеть торговые барьеры в возрастающей международной торговле, необходимо иметь общие международные стандарты. По запросу Британского института стандартов (BSI) Европейский комитет по стандартизации (CEN) организовал в 1990 г. технический комитет TC 243, который должен был разработать европейские стандарты по чистым помещениям. К 1994 г. были разработаны семь проектов европейских стандартов по чистым помещениям.

Однако в 1992 г. Институт исследования окружающей среды и технологии (Institute of Environmental Science and Technology – IEST) в Соединенных Штатах завершил пересмотр стандарта FS 209E и представил Международной организации по стандартизации (ISO) предложение создать международные стандарты по чистым помещениям. После консультации со своими членами ISO для решения этой задачи в ноябре 1993 года создала технический комитет TC 209. Работа по стандартам CEN была приостановлена, а ее результаты были перенесены из комитетов CEN и использованы при разработке стандартов ISO.

Когда стандарты ISO будут разработаны, CEN будет иметь право принять их как европейские стандарты, что более чем вероятно. После публикации стандартов CEN любые другие подобные официальные стандарты в странах ЕС будут заменены на европейские.

В настоящее время в техническом комитете TC 209 ISO уже изданы или на момент публикации этой книги находились в стадии оформления следующие стандарты[1].

Группа стандартов ISO 14644

Эта группа стандартов состоит из следующих частей, объединенных общим заголовком «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды» (Cleanrooms and Associated Controlled Environments):

[1] Информация по международным стандартам при переводе обновлена по согласованию с редактором английского издания В. Уайтом (*Прим. ред.*).

Часть 1: Классификация чистоты воздуха (Classification of air cleanliness)

Эта часть содержит значения максимально допустимых концентраций аэрозольных частиц для различных классов чистоты. Здесь же приводятся методы, которые следует использовать для измерения концентрации аэрозольных частиц при испытаниях чистого помещения для определения его класса чистоты.

Часть 2: Требования к испытаниям и постоянному контролю чистого помещения с целью подтверждения соответствия требованиям стандарта ISO 14644-1 (Specifications for testing and monitoring to prove continued compliance with ISO 14644-1)

Эта часть дает информацию по испытаниям чистых помещений, включая их периодичность, с целью подтверждения их соответствия требованиям стандарта ISO 14644-1.

Часть 3: Метрология и методы испытаний (Metrology and test methods)

В этой части дается описание методов измерений, которые следует использовать при проведении испытаний чистого помещения для подтверждения правильности его функционирования.

Часть 4: Проектирование, строительство и ввод в эксплуатацию (Design, construction and start-up)

В части 4 содержится общее руководство по проектированию, строительству и подготовке чистого помещения для передачи его пользователю.

Часть 5: Эксплуатация (Operation)

В этой части даются общие рекомендации по эксплуатации чистого помещения.

Часть 6: Термины и определения (Terms and definitions)

Приводится набор всех определений и терминов, используемых в стандартах ISO на чистые помещения.

Часть 7: Изолирующие устройства (навесы с подачей чистого воздуха, перчаточные боксы, изоляторы, минизоны) {Separative enclosures (clean air hoods, gloveboxes, isolator, minienvironments)}

Эта часть дает информацию о таких средствах обеспечения чистого воздуха, как изоляторы и минизоны.

Часть 8: Молекулярные загрязнения (Molecular contamination)

В этой части дается информация о газообразных загрязнениях в чистых помещениях.

Группа стандартов ISO 14698

Эта группа стандартов состоит из частей, объединенных общим заголовком «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды – контроль биозагрязнений» (Cleanrooms and Associated Controlled Environments – Biocontamination Control).

Часть 1: Общие принципы и методы (General principles and methods)

Дается информация о реализации методов измерения количества микроорганизмов в чистых помещениях.

Часть 2: Оценка и представление данных о биозагрязнении (Evaluation and interpretation of biocontamination data)

Часть 3: Измерение эффективности процессов очистки и/или дезинфекции инертных поверхностей, содержащих влажные биологические загрязнения или пленки (Measurement of the efficiency of processes of cleaning and/or disinfection of inert surfaces bearing biocontaminated wet soiling or biofilms)

Приводится информация об обработке результатов, полученных при измерениях количества микроорганизмов в чистом помещении.

СТАНДАРТЫ ПО ЧИСТЫМ ПОМЕЩЕНИЯМ – ВЛИЯЮЩИЕ ФАКТОРЫ

Загрязнения и другие факторы, которые нужно рассмотреть

Начиная с первого федерального стандарта США 209, наиболее изученный вид загрязнений в чистых помещениях и чистых зонах – аэрозольные частицы. В течение последующих лет рассматривались и многие другие загрязнители, то есть факторы, которые могут нанести вред продукту/процессу/оператору. Важность этих факторов зависит от специфических требований к чистым помещениям, и проектировщик чистого помещения должен знать, какие из этих источников загрязнений следует принимать во внимание. Таблица 2.1 служит в качестве контрольного списка.

Федеральный стандарт США 209 и другие национальные стандарты рассматривают только общее количество аэрозольных частиц и ничего иного. Информацию по микробиологическим загрязнениям содержат фармацевтические стандарты (Руководства по GMP), а также стандарты ISO по контролю биозагрязнений (см. ниже в этой главе).

Загрязнение частицами

Наиболее подробно изученным загрязнителем являются частицы. Они могут существенно различаться: быть живыми или неживыми, инертными или токсичными, маленькими или большими, белыми или черными, твердыми или жидкими, шероховатыми или гладкими. Диапазон размеров частиц очень широк – от 1000 мкм до 0,001 мкм, при этом они могут иметь сильно отличающиеся морфологические и поверхностные свойства, что усложняет их подсчет.

Таблица 2.1. Список возможных «загрязнителей» в чистых помещениях

Частицы и газообразные загрязнители	
Чистота воздуха и поверхностей на рабочем месте (неживые и жизнеспособные частицы, инертные и токсичные частицы)	
Факторы окружающей среды других типов	
Температура воздуха	Шум
Влажность воздуха	Излучение
Интенсивность света	Ионизация
Вибрация	Электромагнитное излучение
Электростатические заряды	

Хорошее знание существующих методов измерений и присущих им ограничений, также как оценок соответствующих методов отбора проб при очень низких концентрациях частиц и статистической интерпретации данных необходимы, чтобы должным образом определить класс чистоты помещений. Эти проблемы обсуждены в федеральном стандарте США 209E.

Более 20 последних лет классы чистоты помещений основывались на измерении неживых по своей природе (не являющихся носителями микроорганизмов) аэрозольных частиц размерами ≥ 0,5 мкм или ≥ 5 мкм. Федеральный стандарт США 209E рассматривает пять размеров частиц: ≥ 0,1 мкм; ≥ 0,2 мкм; ≥ 0,3 мкм; ≥ 0,5 мкм и ≥ 5,0 мкм. Также рассматриваются сверхмалые (ultrafine) частицы, которые определены как имеющие размер ≤ 0,02 мкм, и крупные или макрочастицы, имеющие размер > 5 мкм. Этот способ классификации используется также CEN и ISO в их работе по классификации чистоты воздуха.

В основу классификации чистых помещений по микроорганизмам (фармацевтические или биологически чистые классы) также положен подсчет частиц, несущих микроорганизмы. Измерение числа жизнеспособных микроорганизмов в окружающей среде чистых помещений обычно является сложной и длительной (1 – 3 дня) задачей и имеет некоторые ограничения, которые влияют на результат измерений. На сегодняшний день можно руководствоваться рекомендациями IES RP 023 по измерениям микроорганизмов и проектом стандарта ISO/CEN по измерению микроорганизмов в воздухе, на поверхностях, в жидкостях и на текстильных материалах.

Зависимость между числом неживых частиц и частиц – носителей микроорганизмов изучена недостаточно, и к этому вопросу мы вернемся в этой главе позже. Федеральный стандарт США 209E констатирует, что устойчивая зависимость отсутствует. Руководство по GMP Европейского Союза дает классификационные значения для обычных частиц и частиц – носителей микроорганизмов, но в разных таблицах. Эти данные приведены в настоящей главе ниже.

Должен быть известен характер возможных опасностей, связанных с использованием аэрозолей вредных химических веществ; при этом следует принять меры по обеспечению техники безопасности. В подобных случаях вместо классов чистоты используются предельные пороговые значения (Threshold Limit Values – TLV). Должны приниматься во внимание не только токсичные вещества, но и гормоны, продукты, вызывающие аллергию и т. д., поскольку они представляют опасность для персонала и производимой продукции.

Связь между классом чистоты и используемыми в проекте материалами

Чтобы должным образом спроектировать, построить и эксплуатировать чистые помещения, необходимо знать зависимость между планировкой, проектом, материалами, операторами и т. д. и «классом чистоты». Более высокая степень чистоты требует определенных проектных концепций и лучших материалов для внутренних поверхностей помещения, также как повышенной частоты уборки, одежды лучшего качества, лучших комнат для переодевания и пр. Продолжительный опыт эксплуатации показал, что между этими категориями существует корреляция, несмотря на тот факт, что часто понятие чистоты относят только к чистоте подаваемого воздуха и его расходу.

Эта взаимосвязь между использованными материалами, персоналом и классами чистоты помещений рассматривается или подчеркивается только в некоторых стандартах на чистые помещения. Одним из таких примеров является «Руководство IES по одежде для чистых помещений (IES-RP 003)», где приводится зависимость между типом одежды и частотой ее замены для чистых помещений различных классов.

Чистые и классифицируемые помещения

В начале 1960-х гг. для описания помещения с низким уровнем содержания пыли и с управляемой температурой, влажностью и т. д. использовался термин «белая комната». В них стены и потолок часто были окрашены в белый цвет. Затем был принят термин «чистые помещения».

За прошедшие годы было дано много определений чистых помещений. Федеральный стандарт США 209E, изданный в 1992, дает следующее короткое определение: «Помещение, в котором контролируется концентрация аэрозольных частиц и которое содержит одну или более чистую зону» (A room in which the concentration of airborne particles is controlled and which contains one or more clean zones). Это формулировка содержит важное для проектирования утверждение, в котором подчеркивается, что чистые помещения могут иметь несколько чистых зон. В ней также подтверждается важная новая концепция создания в чистых помещениях мини- и микрозон (micro- and minienviroments), которая получила развитие в 1990-е гг.

Стандарт ISO 14644-1 по классификации чистых помещений определяет как чистое помещение, так и чистую зону. В определении приведено больше деталей, и оно определяет чистое помещение как «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» (a room in which the number concentration of airborne particles is controlled and which is constructed and used in a manner to minimize the introduction, generation and retention of particles inside the room and in which other relevant parameters, e.g. temperature, humidity and pressure, are controlled as necessary).

Чистое помещение может иметь «одну или более чистых зон», защищающих критическую зону. Окружающая среда для чистого процесса не обязательно должна быть чистым помещением, но может часто быть чистой зоной в менее чистом помещении. Подобные чистые зоны могут быть обеспечены чистыми скамьями, рабочими местами, минизонами (minienviroments) и изоляторами, стандарты на которые также должны приниматься во внимание проектировщиком.

В вышеупомянутых определениях «*control*», т. е. «контролируемый, управляемый» – ключевое слово. Слово «чистый» может несколько ввести в заблуждение, так как чистые помещения с самым низким уровнем чистоты могут не быть очень чистыми, ведь диапазон значений, характеризующих их чистоту, составляет семь (в стандарте FS 209E) или девять (в стандарте ISO 14644-1) порядков величин. В менее чистых комнатах (например, в гидравлической промышленности) чистые помещения не очень чисты, однако уровень загрязнений в них контролируется.

Приниматься во внимание и контролироваться должны и иные, чем частицы и микроорганизмы, загрязняющие примеси. Из-за этого термин «контролируемое помещение» был бы лучше. Однако термин «чистое помещение» используется уже

в течение длительного времени, поэтому в этой главе термины «чистое помещение» и «чистая зона» используются как общий термин.

Состояния помещения, принимаемые во внимание при проектировании

При проектировании чистого помещения заданного класса чистоты проектировщик должен четко указывать его состояние (как правило, подразумевается «функционирующее» состояние). Обычно проектировщик выполняет проект чистого помещения только для одного состояния, но в некоторых случаях необходимо рассматривать и другие состояния. Всего определяется три состояния чистого помещения:

1. Когда чистое помещение только что построено и готово к установке оборудования.
2. Когда все оборудование установлено и готово ко вводу в эксплуатацию, но отсутствует загрязняющее влияние персонала.
3. Когда помещение функционирует – оборудование работает в присутствии персонала.

Основные классификационные стандарты называют эти три состояния «построенное», «оснащенное» и «функционирующее» (*as built, at rest and operational*). Точное определение этих состояний дается в новом стандарте ISO и приведено на стр. 48 данной книги.

Обычно подрядчику, который устанавливает систему вентиляции, задают класс чистоты помещения в состоянии «построенное». Чтобы гарантировать, что это чистое помещение достигнет затем нужного класса чистоты и в состоянии «функционирующее», как правило, следует проектировать и строить чистые помещения по крайней мере на один класс лучше, чем достигается в состоянии «построенное». В этом случае и при условии, что генерация частиц оборудованием и персоналом не чрезмерна, чистое помещение достигнет требуемого класса чистоты в «функционирующем» состоянии.

КЛАССЫ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Стандарты по классификации чистых помещений могут быть разделены на следующие подгруппы:

Классификация	Стандарты
Общетехнического назначения	Берут начало от федерального стандарта 209 и основаны на измерении количества неживых частиц в воздухе
Учитывающая биозагрязнения (фармацевтическая)	Были первоначально основаны на федеральном стандарте FS 209, но дополнены измерениями живых микроорганизмов. Эти стандарты требуются для гигиенического или стерильного производства. Эту область охватывают Руководства по GMP и стандарты CEN/ISO по биозагрязнениям
Учитывающая изоляцию загрязнений	Для областей, где используются или могут появляться опасные загрязняющие примеси

Стандарты общетехнического назначения

Эта классификация используется главным образом в помещениях, где изготавливаются электронные и технические изделия. Большинство этих стандартов основано на одной из версий федерального стандарта США FS 209. Некоторые страны полностью приняли FS 209, в то время как другие сделали свою собственную национальную версию, похожую на FS 209. Некоторые страны сделали незначительные изменения в классах, чтобы соответствовать метрической системе, но все изменяли наименование классов (см. таблицу 2.2). Из-за различного обозначения классов в разных странах нужно быть осторожными, чтобы не спутать стандарты. Сегодня существуют следующие главные национальные «209-классы»:

Страна	Обозначение	Год принятия	Название стандарта
Австралия	AS 1386	1989	Чистые помещения и чистые рабочие места (Cleanrooms and clean work-stations)
Франция	AFNOR X44101	1981	Определение уровней чистых помещений (Definition of cleanroom levels)
Германия	VDI 2083:3	1993	Метод измерений для контроля загрязнений в помещениях с чистым воздухом (Contamination control measuring technique for clean air rooms)
Голландия	VCCN 1	1992	Классификация воздуха по содержанию пыли и микроорганизмов (Dust and microorganism classification of air)
Япония	JIS-B-9920	1989	Методы измерения аэрозольных частиц в чистом помещении, методы оценки и пр. (Measuring methods for airborne particles in clean room and evaluating methods, etc.)
Россия	ГОСТ Р 50766	1995	Чистые помещения. Классификация. Методы аттестации. Общие требования
Великобритания	BS 5295	1989	Чистота среды в замкнутых объемах (Environmental cleanliness in enclosed spaces)
США	FS 209E	1992	Классы аэрозольной чистоты в чистых помещениях и чистых зонах (Airborne particulate cleanliness classes in cleanrooms and clean zones)

В таблице 2.2 дано сравнение классификаций по различным национальным стандартам, а также по стандарту ISO. Стандарты ISO не обязательны для членов ISO, имеющих подобный национальный стандарт. Однако после их принятия и публикации как стандартов ЕС национальные стандарты в пределах стран ЕС больше действовать

не будут. Таким образом, для стран Европейского Содружества новые стандарты (соответствующие стандартам ISO) будут обязательны в пределах ЕС, но не для остального мира.

Потребуется некоторое время, пока все стандарты ISO не будут приняты и станут использоваться. Поэтому полезно рассмотреть существующие национальные стандарты.

Таблица 2.2. Сравнение главных мировых стандартов по чистым помещениям общетехнического назначения[1]

США 209E 1992		ISO 14644-1 1997	Япония B 9920 1989	Франция X44101 1981	Германия VDI 2083 1990	Велико-британия BS 5295 1989	Австралия AS 1386 1989	Россия ГОСТ Р 50766-95
		ISO класс 1	1					P1
		ISO класс 2	2		0			P2
1	M1	ISO класс 3	3		1	C	0,035	P3(1)
10	M2	ISO класс 4	4		2	D	0,35	P4(10)
100	M3	ISO класс 5	5	4 000	3	E, F	3,5	P5(100)
1 000	M4	ISO класс 6	6	–	4	G, H	35	P6(1 000)
10 000	M5	ISO класс 7	7	400 000	5	J	350	P7(10 000)
100 000	M6	ISO класс 8	8	4 000 000	6	K	3 500	P8(100 000)
	M7	ISO класс 9			7	L		P9(1 000 000)

Примечание: M – величины для FS 209E (и ISO – величины) выражены в метрических единицах. Поэтому обозначения классов в M – величинах приподняты выше линии других классов, которые даются в кубических футах. Таким образом, класс 100 по стандарту FS 209E соответствует классу M 3,5 и ISO 5.

Федеральный стандарт 209E и его четыре более ранних версии. Федеральный стандарт FS 209 был издан в 1963 г., пересмотрен в 1966 (209A), в 1973 (209B), в 1987 (209C), в 1988 (209D) и в 1992 гг. (209E). Стандарт FS 209B был смесью информации, советов и правил. Он был очень полезен в свое время, помогая людям войти в новую область контроля загрязнений и создания чистых помещений. Обязательными были только семь страниц, в то время как 26 страниц его приложения были «необязательной информацией для руководства». Пересмотр версии B занял 14 лет. Версия C была напечатана в 1987 с типографскими ошибками, и поэтому в течение года была выпущена исправленная версия D. Данная в таблице 2.3 классификация чистых помещений основывается на версиях стандарта FS 209, существовавших до версии 209E. Несмотря на то, что эта классификация будет заменена, она все еще используется во всем мире и является наиболее общим из всех методов, используемых для описания чистоты чистых помещений. Этот метод обозначений использован в настоящей книге, хотя одновременно дается и эквивалентная классификация по стандарту ISO.

[1] Сравнение со стандартом ГОСТ Р 50766-95 добавлено при переводе (*Прим. ред.*).

Таблица 2.3. Классификация чистых помещений по федеральному стандарту 209 (от A до D)

Класс	Число частиц в 1 куб.футе[1] с размером:				
	≥ 0,1 мкм	≥ 0,2 мкм	≥ 0,3 мкм	≥ 0,5 мкм	≥ 5,0 мкм
1	35	7,5	3	1	но
10	350	75	30	10	но
100	но	750	300	100	но
1 000	но	но	но	1 000	7
10 000	но	но	но	10 000	70
100 000	но	но	но	100 000	700

но – *не определяется*

Федеральный стандарт 209 – версия E: Намного измененная версия E была издана в 1992 г. с более точным названием «Классы аэрозольной чистоты для чистых помещений и чистых зон». Отличия версии E от предыдущих заключаются в следующем:

- классы чистоты помещений в версии E основаны на метрических единицах;
- версия E описывает семь классов чистоты: от M1 до M7;
- в версии E описан метод измерения чистоты воздуха;
- версия E требует наличия плана мониторинга чистоты воздуха;
- в версии E содержится обоснование используемых статистических формул;
- рассматриваются сверхмалые (ultrafine) частицы;
- в версии E рассматривается изокинетический и анизокинетический отбор проб воздуха;
- в версии E описан метод последовательного отбора проб для низких концентраций частиц.

В федеральном стандарте 209E приводится таблица (воспроизведенная ниже – таблица 2.4), в которой задаются границы классов чистоты помещений в терминах счетной концентрации частиц в единицах объема, заданного как в метрических, так и в английских единицах. Данные, приведенные в этой таблице, не обязательно соответствуют реальным распределениям частиц по размерам, которые могут быть измерены в каких-либо частных случаях.

Предельные значения концентрации частиц для промежуточных классов могут быть рассчитаны приблизительно из уравнения:

$$\text{Число частиц/м}^3 = 10^M\,(0{,}5/d)^{2{,}2},$$

где M – численное обозначение класса в единицах СИ и d – размер частиц в микрометрах.

[1] 1 куб.фут соответствует 28,3 литра (*Прим. ред.*).

Таблица 2.4. Классификация чистых помещений по федеральному стандарту 209E

Обозначение класса		Предельно допустимые значения счетной концентрации частиц									
		≥ 0,1 мкм		≥ 0,2 мкм		≥ 0,3 мкм		≥ 0,5 мкм		≥ 5 мкм	
		Единицы объема		Единицы объема		Единицы объема		Единицы объема		Единицы объема	
СИ	англ. сист.	$м^3$	$фут^3$	$м^3$	$фут^3$	$м^3$	$фут^3$	$м^3$	$фут^3$	$м^3$	$фут^3$
M 1		350	9,91	75,7	2,14	30,9	0,875	10,0	0,283	--	--
M 1,5	1	1 240	35,0	265	7,50	106	3,00	35,3	1,00	--	--
M 2		3 500	99,1	757	21,4	309	8,75	100	2,83	--	--
M 2,5	10	12 400	350	2 650	75,0	1 060	30,0	353	10,0	--	--
M 3		35 000	991	7 570	214	3 090	87,6	1 000	28,3	--	--
M 3,5	100	--	--	26 500	750	10 600	300	3 530	100	--	--
M 4		--	--	75 700	2 140	30 900	875	10 000	283	--	--
M 4,5	1 000	--	--	--	--	--	--	35 300	1 000	247	7,00
M 5		--	--	--	--	--	--	100 000	2 830	618	17,5
M 5,5	10 000	--	--	--	--	--	--	353 000	10 000	2 470	70,0
M 6		--	--	--	--	--	--	1 000 000	28 300	6 180	175
M 6,5	100 000	--	--	--	--	--	--	3 350 000	100 000	24 700	700
M 7		--	--	--	--	--	--	10 000 000	283 000	61 800	1 750

Британский стандарт BS 5295: Этот стандарт, озаглавленный «Чистота среды в замкнутых объемах», был первоначально издан в 1976 г., затем пересмотрен и издан в 1989 г. Он, также как и стандарт FS 209B, содержит полезную информацию для тех, кто проектирует и использует чистые помещения. Стандарт разделен на пять частей:

Часть 0: Общая информация, термины и определения для чистых помещений и устройств подачи чистого воздуха.
Часть 1: Технические условия для чистых помещений и устройств подачи чистого воздуха.
Часть 2: Особенности выполнения проекта, строительства и ввода в действие чистых помещений и устройств подачи чистого воздуха.
Часть 3: Руководство по эксплуатации и правилам работы для чистых помещений и устройств подачи чистого воздуха.
Часть 4: Спецификация для мониторинга чистых помещений и устройств подачи чистого воздуха.

В таблице 2.5 показана классификационная таблица чистых помещений в соответствии со стандартом BS 5295. Когда новая классификация ISO будет принята CEN, эта классификация будет отменена. Стандарт BS 5295 был ценен для проектировщика чистых помещений тем, что детально рассматривал чистые помещения и устройства подачи чистого воздуха. Великобритания участвовала в работе CEN и в работе ISO в качестве члена с самого ее начала в 1990. Ее представители являются председателями рабочих групп по классификации и, начиная с 1998, по молекулярным загрязнениям.

Таблица 2.5. Классификация чистоты воздушной среды в помещениях по британскому стандарту BS 5295

Класс чистоты среды	Максимально допустимое число частиц в $м^3$ с размером равным или более				
	≥ 0,3 мкм	≥ 0,5 мкм	≥ 5 мкм	≥ 10 мкм	≥ 25 мкм
C	100	35	0	но	но
D	1 000	350	**0**	но	но
E	10 000	3 500	**0**	но	но
F	но	3 500	**0**	но	но
G	100 000	35 000	200	0	но
H	но	35 000	200	0	но
J	но	350 000	2 000	450	**0**
K	но	3 500 000	20 000	4 500	500
L	но	но	200 000	45 000	5 000
M	но	но	но	450 000	50 000

но – *не определяется*

Немецкий стандарт VDI 2083: В Немецкой инженерной ассоциации, известной в Германии как Vereinigte Deutsche Ingenieure (VDI), есть группа специалистов, работающая

в области контроля загрязнений. В 1976 г. на основе стандарта США FS 209 эта ассоциация опубликовала документ VDI 2083 как собственный технический стандарт по чистым помещениям, использовав для классификации метрическую систему. Затем, начиная с 1987 г., этот стандарт неоднократно пересматривался и состоял (в 1998 г.) из следующих одиннадцати частей:

Часть 1.	Основные принципы, термины и определения классов	(издан в 1991)
Часть 2.	Строительство, эксплуатация и обслуживание	(издан в 1991)
Часть 3.	Измерительная техника для чистых помещений	(издан в 1993)
Часть 4.	Чистота поверхностей	(издан в 1991)
Часть 5.	Критерий комфорта	(издан в 1989)
Часть 6.	Персонал в рабочей зоне чистого помещения	(издан в 1991)
Часть 7.	Чистота рабочих сред (жидкости, газы, и т.д.)	(издан в 1991)
Часть 8.	Пригодность материалов и продукции для чистых помещений	(издан в 1991)
Часть 9.	Качество, производство и подача сверхчистой воды	(издан в 1991)
Часть 10.	Подача рабочих сред	(издан в 1998)
Часть 11.	Обеспечение качества	(разрабатывается)

В части 3 стандарта VDI 2083 приводится национальная классификация чистых помещений. Это – метрический стандарт, он использует в качестве базы для своей классификации размер частиц ≥ 1,0 мкм (вместо размера ≥ 0,5 мкм, использованного в стандарте FS 209E).

Работа над стандартами ISO по контролю загрязнений ведется на английском языке, но при переходе к стандартам CEN они переведены одновременно на французский и немецкий языки. Таким образом, уже имеются стандарты ISO/CEN на немецком языке, охватывающие многие из вопросов, представленных в VDI 2083. В 1996 г. на немецком языке появился предстандарт CEN pr ENV 1631 «Проектирование и строительство», а в 1998 г., – предстандарт pr ISO 14644-1. Германия участвовала в качестве члена в работе CEN и в работе ISO с самого ее начала в 1990 г. Ее представитель является председателем рабочей группы по проектированию чистых помещений.

Японский стандарт JIS[1] B 9920: До конца 1980-х гг. в Японии в качестве собственных стандартов использовались переведенные на японский язык федеральные стандарты США 209 от B до D. Однако в 1989 г. был издан японский классификационный стандарт по чистым помещениям JIS B 9920. Японский стандарт отличается от FS 209E следующим:

- он является метрическим и имеет систему классификации, основанную на показателе степени в выражении для концентрации частиц;
- в качестве базового используется размер частиц ≥ 0,1 мкм вместо 0,5 мкм, используемого в FS 209E;
- в стандарт включено два класса более чистых помещений, чем в FS 209E.

[1] Japan Industrial Standard – Японский промышленный стандарт (*Прим. ред.*).

Следует отметить, что его схожесть с принятым позже стандартом ISO 14644-1 (классификация чистых помещений в стандарте ISO также основана на частицах с размерами ≥ 0,1 мкм) объясняется тем, что этот принцип классификации был взят в стандарт ISO именно из японского стандарта. Япония принимала участие в работе ISO в качестве члена с 1993 г. и также в подобной работе CEN – как наблюдатель. Япония – председатель рабочей группы ISO по метрологическим стандартам, которые будут использоваться для измерений и классификации чистых помещений.

Австралийский стандарт AS 1386: Этот стандарт был издан в 1976 г., затем пересмотрен и переиздан в 1989 г. Стандарт состоит из семи частей. Австралийцы классифицируют чистые помещения, используя метрическую систему. Его сравнение с другими стандартами дано в таблице 2.2. Австралия участвовала в работе ISO над стандартами по чистым помещениям, начиная с 1994 г.

Французский стандарт AFNOR X 44101: Во Франции, начиная с 1972 г., Французской ассоциацией по чистым помещениям (ASPEC) было разработано много документов под названием «Рекомендации для чистых помещений». Национальная классификация чистых помещений была принята Французской организацией по стандартизации (AFNOR) и издана в 1981 г. под номером X 44101. Франция принимала участие в работе CEN с самого ее начала в качестве члена, а с 1990 г. и в работе ISO, также с самого ее начала, поэтому Франция остановила работу над национальными стандартами по чистым помещениям. Ее представитель был председателем рабочей группы по биозагрязнениям до 1998 г.

Голландский стандарт VCCN-RL-1: В Нидерландах Ассоциацией по чистым помещениям (VCCN) были выпущены «Руководящие принципы» по контролю загрязнений. После первого стандарта VCCN-RL-1, который классифицирует чистые помещения по количеству частиц и микроорганизмов, ассоциация выпустила шесть стандартов по контролю загрязнений. VCCN-RL-2 посвящен «Сооружению и обслуживанию чистых помещений». Нидерланды принимали участие в качестве члена как в работе CEN, так и в работе ISO с самого ее начала в 1990. Несмотря на это, нидерландский стандарт по классификации был издан в 1992.

Российский стандарт ГОСТ Р 50766-95: В 1970-х гг. Советский Союз опубликовал классификационный отраслевой стандарт по чистым помещениям с пятью классами чистоты. Он был основан на FS 209B.

В 1991 для осуществления международного сотрудничества и стандартизации была организована Ассоциация инженеров по контролю микрозагрязнений (АСИНКОМ). Россия начала участвовать в работе ISO с 1993 г. Первая российская классификация, ГОСТ Р 50766-95 «Чистые помещения. Классификация. Методы аттестации. Общие требования», была разработана АСИНКОМ и одобрена Госстандартом в январе 1996 г.

Новый стандарт ISO по классификации чистых помещений

Стандарт ISO 14644-1 был принят в 1999 г. Стандарт разделен на разделы в зависимости от того, является ли стандарт обязательным для выполнения (нормативная часть),

или он обеспечивает информацией, которая может использоваться, если это потребуется (информативная часть). Стандарт содержит следующие разделы:

Предисловие	Объясняет, что документ – один из серии стандартов ISO по чистым помещениям.
Общие положения (нормативная часть)	Область применения, определения, классификация. Как продемонстрировать, что чистое помещение соответствует требованиям стандарта.
Приложение A (информативная часть)	Определения.
Приложение B (информативная часть)	Графическая иллюстрация классов чистоты помещений.
Приложение C (нормативная часть)	Метод измерений для определения класса чистоты с помощью счетчика отдельных (дискретных) аэрозольных частиц. В этой части обсуждаются: (a) счетчик аэрозольных частиц; (b) условия для проведения испытаний; (c) определение числа точек отбора проб; (d) вычисление объема отбираемой пробы (минимум три); (e) процедура отбора пробы; (f) запись результатов; (g) вычисление 95%-ного верхнего доверительного интервала; (h) интерпретация результатов.
Приложение D (нормативная часть)	Процедура вычисления 95%-ного верхнего доверительного интервала концентрации частиц.
Приложение E (информативная часть)	Примеры вычислений класса чистоты.
Приложение F (информативная часть)	Определение концентрации и размеров частиц вне диапазона размеров, принятого для классификации, то есть для ультрамалых частиц и макрочастиц.
Приложение G (нормативная часть)	Процедура последовательного отбора пробы. Приводятся: (a) общая часть и ограничения; (b) основные операции; (c) процедура отбора пробы; (d) рисунки для пояснения.

Таким образом, обязательная для выполнения часть стандарта включает в себя общие положения и три приложения. В разделе общих положений описано следующее:

1. Состояния помещения.

В обязательном для выполнения разделе «Определения» описаны три состояния чистого помещения[1]:

a. *построенное* (as built):

condition where the installation is complete with all services connected and functioning, but with no production equipment, materials, or personnel present.

состояние, в котором чистое помещение со всей инфраструктурой полностью смонтировано, все инженерные системы подключены и функционируют, но отсутствует технологическое оборудование, материалы и персонал.

b. *оснащенное* (at rest):

condition where the installation is complete with equipment installed and operating in a manner agreed upon by the customer and supplier, but with no personnel present.

состояние, в котором чистое помещение полностью укомплектовано технологическим оборудованием, работающим в соответствии с соглашением между заказчиком и исполнителем, но персонал отсутствует.

c. *функционирующее* (operational):

condition where the installation is functioning in the specified manner, with the specified number of personnel present and working in the manner agreed upon.

состояние, в котором чистое помещение функционирует установленным образом в присутствии штатного количества персонала, выполняющего свои предписанные рабочие функции.

2. Классификационное число.

Классификация ISO основана на следующем уравнении:

$$C_n = 10^N \times [0{,}1/D]^{2{,}08},$$

где

C_n – максимальная допустимая концентрация частиц (в 1 м^3 воздуха), размер которых равен или больше, чем рассматриваемый размер; значение C_n округляется до ближайшего целого числа;

N – класс по ISO, не превышающий 9. Допускаются промежуточные классы с минимальным интервалом 0,1 N;

D – рассматриваемый размер частиц в мкм;

0,1 – постоянная величина, с размерностью мкм.

В таблице 2.6, приведенной в стандарте, указаны предельно допустимые концентрации частиц для различных классов чистоты.

3. Таблица 2.6 дает возможность перехода от новых классов ISO к старым классам по FS 209. Новые классы ISO могут быть преобразованы путем деления предельных

[1] Понимая особую важность этих терминов, а также в связи с тем, что уже существует несколько вариантов их перевода, мы сочли необходимым привести определения состояний чистого помещения по тексту ISO 14644-1 на английском языке (*Прим. ред.*).

значений счетной концентрации частиц размером 0,5 мкм на метрический коэффициент пересчета, то есть 35. Таким образом, ISO класс 5 эквивалентен старому классу 100 FS 209. Стандарт ISO позволяет иметь неограниченное число классов, но девять основных классов даются в таблице.

4. Рисунок 2.1 – это графическая иллюстрация к таблице 2.6, данная в стандарте (как и в FS 209E). Линии дают только приблизительные границы класса и не могут экстраполироваться за свои границы; линии не представляют фактического распределения числа частиц по размерам.

Таблица 2.6. Классификация чистых помещений и чистых зон по ISO 14644-1

Класс (N) по ISO	Предельно допустимая концентрация частиц (частиц/м^3 воздуха), размер которых равен или превышает указанный					
	≥ 0,1 мкм	≥ 0,2 мкм	≥ 0,3 мкм	≥ 0,5 мкм	≥ 1 мкм	≥ 5,0 мкм
ISO класс 1	10	2				
ISO класс 2	100	24	10	4		
ISO класс 3	1 000	237	102	35	8	
ISO класс 4	10 000	2 370	1 020	352	83	
ISO класс 5	100 000	23 700	10 200	3 520	832	29
ISO класс 6	1 000 000	237 000	102 000	35 200	8 320	293
ISO класс 7				352 000	83 200	2 930
ISO класс 8				3 520 000	832 000	29 300
ISO класс 9				35 200 000	8 320 000	293 000

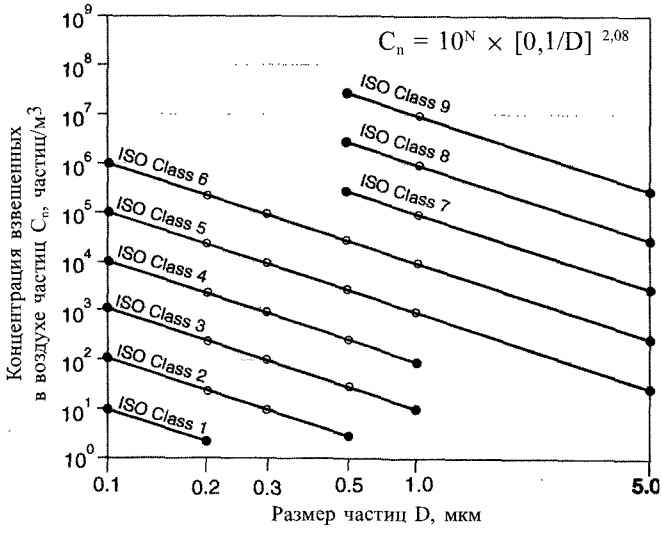


Рис. 2.1. Графическое представление взаимосвязи классов чистоты помещений по ISO 14644-1, концентрации аэрозольных частиц и их размеров

5. Обозначения. В стандарте приводится метод обозначения классов чистоты, которые должны читаться так:

ISO класс N + состояние(я) классифицируемого помещения + рассмотренный(ые) размер(ы) частиц

Между федеральным стандартом 209E и стандартом ISO 14644-1 имеются некоторые важные различия, которые следует принимать во внимание. Они показаны в таблице 2.7. Для обоих стандартов приведены примеры вычисления класса чистоты помещения, а также дается информация относительно методов отбора проб.

Таблица 2.7. Сравнение стандартов FS 209E и ISO 14644-1

Сравниваемые положения	FS 209E	ISO 14644-1
1 Утверждающий орган	федеральные органы	ISO
2 Диапазон размеров частиц	0,1 – 10 мкм	0,1 – 5 мкм
3 Классификация	в соответствии с *таблицей*, уравнение приводится	в соответствии с *уравнением*
4 Формула для классов	$C = (0,5/D)^{2,2} \times 10^N$	$C = (0,1/D)^{2,08} \times 10^N$
5 Базовый размер частиц	0,5 мкм	0,1 мкм = константа
6 Количество классов	от M 1 до M 7	от ISO 1 до ISO 9
7 Состояние помещения	построенное, оснащенное, функционирующее	построенное, оснащенное, функционирующее
8 Состояние испытуемого помещения	не задано	1 или более состояний
9 Количество размеров частиц, требуемых для классификации	1 или более	1 или более, причем диаметр следующего в 1,5 раза больше предыдущего
10 Минимальный объем пробы	2,83 л	**2 л**
11 Минимальное число регистрируемых частиц в 1 пробе	20	20
12 Количество точек отбора проб	в соответствии с тремя уравнениями, приведенными в стандарте	количество точек = √ площади помещения
13 Количество отборов пробы в точке (минимальное)	1 или более	1, но 3 в случае измерений только в одной точке
14 Метод измерений	оптический счетчик аэрозолей (либо счетчик дискретных частиц аэрозолей, счетчик ядер конденсации) + оптическая микроскопия	оптический счетчик аэрозолей (счетчик дискретных частиц) для диапазона 0,1 – 5 мкм, счетчик ядер конденсации для сверхмелких частиц
15 Сверхмелкие частицы	рассматриваются частицы ≤ 0,02 мкм	рассматриваются частицы ≤ 0,1 мкм
16 Макрочастицы (≥ 5 мкм)	не рассмотрены	информация о частицах ≥ 5 мкм
17 Необходимый доверительный интервал	95%-ный верхний доверительный интервал для менее чем 9 точек отбора проб	95%-ный верхний доверительный интервал для менее чем 9 точек отбора проб
18 Последовательный отбор	включен	включен
19 Изокинетический отбор пробы	включен	не включен

КЛАССИФИКАЦИЯ, УЧИТЫВАЮЩАЯ БИОЗАГРЯЗНЕНИЯ

Производство стерильных фармацевтических средств

Разработка стандартов на чистые помещения для фармацевтической промышленности началась в 1960-х гг., чтобы противодействовать проблемам загрязнения стерильной фармацевтической продукции, вызывающим болезнь и смерть пациентов. Появилось понимание того, что безопасность стерильной продукции нельзя определять по результатам выходного контроля на стерильность, поскольку тестируется только малая часть лекарств. Таким образом, необходимо было положиться на правильную организацию производства, то есть практику надлежащего производства (*good manufacturing practice* – GMP). Эти стандарты известны как Руководства по надлежащей практике производства (Guides to Good Manufacturing Practice – GGMP). Они были основаны на материалах нового для того времени стандарта США FS 209, стандарта BS 5295 и других технических стандартов, а также на опыте производства фармацевтических средств. Целью руководств GGMP являлось тщательное описание соответствующих методов производства стерильной продукции на основе предотвращения бактериального и аэрозольного загрязнений, тем самым надежно гарантируя качество продукции.

В основном, Руководства по GMP касаются методов правильной организации производства, но при этом также затрагивают и вопросы проектирования, выбора строительных материалов, дисциплины персонала и т. д. Кроме того, в Руководствах содержатся данные для определения классов чистоты помещений как по частицам, так и по микроорганизмам, а также по типам воздушных фильтров и кратности воздухообмена.

Различные руководства по GMP, разработанные в разных странах, носят скорее информационный, консультативный, а не обязательный характер; в них обычно подразумевается, что для достижения рекомендованных критериев существует не один способ. Для проверки правильности применения GMP каждая страна имеет правительственных инспекторов. Они могут интерпретировать выраженные в общей форме положения руководств. Изготовитель фармацевтической продукции должен также выполнять требования руководства по GMP тех стран, куда поставляется его продукция.

Руководства по GMP предназначены для фармацевтической промышленности, но методы, использованные для решения задач обеспечения качества, полезны и для более широкого круга задач. Помимо рекомендаций, упомянутых выше, методы квалификации оборудования и валидации процессов применимы и к другим отраслям промышленности, например, в микроэлектронике и пищевой промышленности. Таким образом, Руководства по GMP следует изучать в тех производствах, где необходимо решать проблемы качества.

Определение «критических зон» в помещении является важным и даже ключевым фактором при анализе рисков, например, при использовании метода HACCP (Hazard Analysis Critical Control Points) – анализа риска в критических точках контроля. Этот метод рассматривается в новых стандартах ISO по биозагрязнениям.

Первое Руководство по GMP было издано в 1963 г. Администрацией по пищевым продуктам и лекарственным препаратам (FDA) в США. Еще через три года получили официальный статус Шведские правила по GMP, а тремя годами позже, в 1969 г., было издано первое Руководство Всемирной Организации Здравоохранения (ВОЗ). Позже, в 1972 г., было выпущено важное Руководство PIC (European Pharmaceutical Inspection

Convention – Европейская конвенция по фармацевтическим соглашениям); оно было пересмотрено в 1983, 1989, 1992 и 1995 гг. (Документ PH 5/92). Это Руководство PIC по GMP принято в большинстве западноевропейских стран, в нескольких восточноевропейских странах и в Австралии.

В 1989 г. Комиссией Европейского Сообщества было разработано «Руководство Европейского Союза по надлежащей практике производства продукции медицинского назначения» – GMP ЕС. Переизданное в 1992 с новыми приложениями, оно приобрело юридическую силу и заменило все другие Руководства по GMP, разработанные в странах ЕЭС. Эта версия теперь пересмотрена в соответствии с новым методом классификации чистых помещений. Приложение 1 к GMP ЕС действует с 1 января 1997.

В начале 1992 г. в России было опубликовано первое национальное Руководство по GMP – РД 64-125-91; это было первое Руководство по GMP, выпущенное в Восточной Европе. В 2000 г. был опубликован стандарт отрасли ОСТ 42-510-98 «Правила организации производства и контроля качества лекарственных средств» (GMP), введенный взамен вышеуказанного руководства.

В настоящее время наиболее используемыми Руководствами по GMP для чистых помещений являются:

PIC: GMP и Руководства	1995	действуют в европейских странах вне ЕС и в Австралии.
FDA cGMP,	1987	действует в США
EU GGMP	1997	действует в странах ЕС

К сожалению, эти Руководства по GMP не гармонизированы, что иллюстрируется таблицей 2.8. Состояния помещений, подлежащих испытаниям, различны (оснащенное или функционирующее), а буквы, обозначающие классы чистоты (от A до D), в различных странах не обозначают одно и то же.

В течение 1990-х гг. Руководства PIC и GMP ЕС (версии 1992 г.) подвергались критике, поэтому в 1997 г. была разработана и выпущена для использования переработанная версия. Пересмотренная схема классификации дана в таблице 2.9.

Таблица 2.8. Сравнение основных фармацевтических Руководств по GMP в части, касающейся состояния помещений и классов чистоты (приводятся по FS 209D)

GMP	PIC GMP	EU-GMP 1992	FDA 1987	соответствие классов, все – для функционирующего состояния		
состояние	оснащенное	функционирующее	функционирующее	209D	209E	ISO
класс A	100	100	критическая зона	100	M 3,5	ISO 5
класс B	100	10 000	–	100	M 3,5	ISO 5
класс C	10 000	100 000	–	10 000	M 5,5	ISO 7
класс D	100 000	–	контролируемая зона	100 000	M 6,5	ISO 8

Таблица 2.9. Классификация чистых помещений и зон для производства стерильных препаратов (GMP ЕС, редакция 1997 г.)

Класс	Предельно допустимая концентрация частиц в м^3 воздуха, размер которых равен или превышает указанный в таблице			
	в оснащенном состоянии (b)		в функционирующем состоянии	
	≥ 0,5 мкм	≥ 5 мкм	≥ 0,5 мкм	≥ 5 мкм
A	3 500	0	3 500	0
B (a)	3 500	0	350 000	2 000
C (a)	350 000	2 000	3 500 000	20 000
D (a)	3 500 000	20 000	не определено (c)	не определено (c)

Примечания:
(a) Для достижения качества воздуха класса B, C и D кратность воздухообмена должна определяться в зависимости от размера помещения и находящегося в нем оборудования и персонала. Система подачи воздуха должна быть оснащена соответствующими фильтрами, такими как HEPA для классов A, B и C.
(b) В состоянии *оснащенное* данные должны быть получены без персонала по завершении 15 – 20-минутного периода «очистки».
(c) Для результатов аэрозольного и микробиологического мониторинга должны быть установлены соответствующие *уровни тревоги* и *действия*. Если эти уровни превышаются, операционными процедурами должно быть предписано корректирующее воздействие.

Таблица 2.9.А. Классификация чистых помещений и зон для производства стерильных препаратов (GMP ЕС, редакция 2003 г.)[1]

Класс	Предельно допустимая концентрация частиц в м^3 воздуха, размер которых равен или превышает указанный в таблице (a)			
	в оснащенном состоянии (b)		в функционирующем состоянии (b)	
	≥ 0,5 мкм (d)	≥ 5 мкм	≥ 0,5 мкм (d)	≥ 5 мкм
A	3 500	1 (e)	3 500	1 (e)
B (c)	3 500	1 (e)	350 000	2 000
C (c)	350 000	2 000	3 500 000	20 000
D (c)	3 500 000	20 000	не определено (f)	не определено (f)

Примечания:
(a) Концентрация частиц с размерами равными или большими указанных значений определяются с помощью счетчика отдельных аэрозольных частиц. Для зоны A следует использовать систему с непрерывным мониторингом концентрации частиц. Такая же система рекомендуется и для окружающей ее зоны B. При текущем контроле зон A и B объем отбираемых проб воздуха должен быть не менее 1 куб. метра. Этот же объем пробы рекомендуется и для зоны C.

[1] В сентябре 2003 г. в GMP ЕС были внесены изменения, касающиеся классификации чистых зон (п.3 приложения 1 к Руководству по GMP ЕС). По согласованию с редактором английского издания В. Уайтом эти изменения внесены в настоящее издание и отражены в таблице 2.9А (*Прим. ред.*).

(b) Указанный уровень загрязнения для оснащенного состояния должен достигаться после короткого (15 – 20 минут – рекомендуемая величина) периода «очистки» помещения при отсутствии персонала и после завершения всех операций.
Указанный уровень загрязнения для функционирующего состояния всегда должен поддерживаться в зоне, непосредственно окружающей продукт, когда продукт или открытый контейнер подвергаются воздействию окружающей среды. Допускается, что в точке розлива в процессе наполнения не всегда удается показать соответствие стандарту из-за генерации частиц или капель самого продукта.
(c) Для обеспечения условий, соответствующих зонам B, C и D, кратность воздухообмена должна выбираться в зависимости от размеров помещения, а также от количества персонала и оборудования, находящихся в помещении. Система воздухоподготовки для зон B, C и D должна иметь соответствующие финишные фильтры, например, HEPA-фильтры.
(d) Значения предельно допустимых концентраций частиц с размерами более 0,5 мкм в оснащенном и функционирующем состояниях примерно соответствуют классификации по стандарту ISO 14644-1.
(e) Предполагается, что в воздухе этих зон вообще не содержится частиц размером равным или более 5 мкм. Так как невозможно подтвердить полное отсутствие частиц статистически значимыми методами, принимается предельная концентрация 1 частица / м^3. Выполнение этого условия должно быть показано при квалификации чистого помещения.
(f) Требования и предельные значения зависят от характера выполняемых операций.

Таблица 2.10. Значения предельных уровней микробиологического загрязнения для производства стерильной продукции (в функционирующем состоянии) по GMP ЕС (1997 г.)

Класс	Рекомендованные пределы микробиологического загрязнения (a)			
	в объеме пробы воздуха, КОЕ/м^3	седиментация на чашки (диам. 90 мм), КОЕ/4 часа (b)	контактный чашечный тест (диам. 55 мм) КОЕ/на чашку	оттиск перчатки, 5 пальцев КОЕ/на перчатку
A	<1	<1	<1	<1
B	10	5	5	5
C	100	50	25	–
D	200	100	50	–

Примечания: (a) приведены средние значения
(b) отдельные чашки могут экспонироваться менее 4 часов
КОЕ – число колониеобразующих единиц

Максимальные значения концентрации микроорганизмов для различных классов чистых помещений (зон) в функционирующем состоянии даны в таблице 2.10.

В GMP ЕС не содержится информации о том, как измерять количество микроорганизмов. Методы измерений описываются в стандартах ISO по контролю биозагрязнений и в Рекомендациях IEST RP 023 (см. ниже).

Производственные операции в Руководстве ЕС по GMP разделены на две категории: те, где продукт герметизируется в конечный контейнер (ампулу) и стерилизуется на конечном этапе (финишная стерилизация), и те, в которых продукт должен быть изготовлен в асептических условиях на некоторых или на всех этапах. GMP ЕС предлагает следующие примеры использования чистых помещений:

Продукция, подвергаемая финишной стерилизации

Класс	Примеры процессов
A	Розлив продуктов при высокой степени риска
C	Подготовка растворов при высокой степени риска. Розлив продуктов
D	Подготовка растворов и компонентов для последующего розлива

Замечание: подготовку большинства продуктов следует выполнять, по крайней мере, в условиях, соответствующих классу D, там, где существует высокая степень риска, следует использовать класс C.

Асептическая продукция

Класс	Примеры процессов
A	Асептическая подготовка и розлив
C	Подготовка растворов для фильтрации
D	Обработка компонентов после мойки

Замечания: После мойки компоненты должны быть обработаны, по крайней мере, в условиях класса D. Обработка стерильного сырья обычно (см. GGMP) должна быть выполнена в условиях класса A с окружающими помещениями класса B. Подготовка растворов, которые должны стерильно фильтроваться в течение процесса, должна выполняться в условиях класса C: если фильтрация не требуется, то подготовку материала и продукции следует выполнять в условиях класса A с окружающими помещениями класса B. Обработку и розлив стерильно изготовленной продукции следует выполнять в условиях класса A с окружающими помещениями класса B. Если продукция контактирует с окружающей средой и впоследствии не подвергается фильтрации, то подготовку и розлив стерилизованных мазей, кремов, суспензий и эмульсий следует выполнять в условиях класса A с окружающими помещениями класса B.

В Руководстве по GMP приводятся особые рекомендации для случаев использования изоляторов или технологии «выдувание-наполнение-герметизация».

Другие классификационные стандарты по биозагрязнениям

Методы подсчета взвешенных в воздухе микроорганизмов получили развитие в 1940-х гг.; автоматический счет частиц пыли оптическими методами – в 1960-х гг. Методы измерения микроорганизмов, однако, отнимают очень много времени по сравнению с оптическими или дискретными счетчиками аэрозольных частиц и требуют определенной квалификации. Если бы можно было установить зависимость между числом живых и неживых частиц в воздухе, то быстрый метод измерений с помощью оптических счетчиков частиц мог бы использоваться для экспресс-оценки числа микроорганизмов в воздухе. Известно, что для данного конкретного помещения параллельные тесты могут выявить приблизительную зависимость, хотя при этом необходимо принимать во внимание множество факторов, и эту зависимость нельзя переносить на другие чистые помещения.

В 1993 г. в США IEST выпустил рекомендации RP 023 «Микроорганизмы в чистом помещении». В них приводятся методы и описываются устройства для измерений

микроорганизмов в воздухе и на поверхностях, но не обсуждается классификация чистых помещений. Рассматриваются также дезинфицирующие вещества и их влияние на результаты измерения числа микроорганизмов.

В стандарте ISO 14698 по биозагрязнениям приводятся методы измерений числа микроорганизмов в воздухе, в жидкостях и на поверхностях, включая поверхность тканей.

Стандарты ISO 14698 по биозагрязнениям Эти всесторонние стандарты ISO по биозагрязнениям (во время подготовки этой главы они существовали в форме проекта) обсуждают общую классификацию по наличию микроорганизмов и методы микробиологических измерений. Они отличаются от фармацевтических руководств по GMP более широкой применимостью – к пищевой промышленности, больницам, косметической промышленности и т. д. Эти стандарты отличаются другим подходом, так как в них не приводятся значения классов по микроорганизмам, но необходима классификация степени риска и анализ риска в локальных точках, например, методом HACCP (Hazard Analysis Critical Control Points) – анализа риска в критических контрольных точках. В указанных стандартах также подчеркивается важность определения значений, соответствующих уровню тревоги и уровню действия.

Стандарт ISO дает также информацию относительно методов определения микроорганизмов в воздухе, жидкостях и на поверхностях (включая поверхность тканей). Стандарт содержит три основных части:

ISO 14698-1: Контроль биозагрязнений. Общие принципы и методы.
ISO 14698-2: Оценка и интерпретация данных по биозагрязнениям.
ISO 14698-3: Измерение эффективности процессов очистки и/или дезинфекции инертных поверхностей, содержащих биологические загрязнения или пленки.

КЛАССИФИКАЦИЯ В СООТВЕТСТВИИ С ТЕХНОЛОГИЯМИ, ТРЕБУЮЩИМИ ИЗОЛЯЦИИ

Работы с токсичными или патогенными веществами, также как работы по генной инженерии, должны выполняться в специальном помещении, использующем изолирующее оборудование. Требования к помещениям, оборудованию и методам работы в таких помещениях изложены в специальных стандартах. В США рекомендации по биологической безопасности были разработаны Национальным Институтом Здоровья (National Institute of Health) и изложены в документе «Recombinant DNA research – actions under the Guidelines: Federal Register 56» (1991). В Европе проектировщик должен выполнить требования, изложенные в Директиве 90/219/EEC 1990 г. для проектирования производств с участием генетически модифицированных организмов. Европейский стандарт «EN 1620: Биотехнология – Крупномасштабные процессы и производство – Сооружение завода в соответствии со степенью опасности» был выпущен в 1997 г. Более подробная информация по стандартам в этой области приводится в главе 6 этой книги.

Биологические риски и соответствующие мероприятия делятся на четыре класса. Соответственно используются четыре типа лабораторий с уровнями рисков – от BL 1 до BL 4 (см. табл. 2.11).

В 1993 г. ICCCS опубликовала обзор «Стандарты по безопасным средствам и методам», в котором приводятся 42 ссылки, но при этом показана необходимость в международной гармонизации стандартов в области биологической безопасности.

В помещениях, использующих изолирующие технологии, применяются лабораторные шкафы (боксы) трех типов – классов I, II и III. Класс III обеспечивает самую лучшую защиту. В таблице 2.12 приведены стандарты на лабораторные шкафы (боксы) класса II. В ближайшее время должен быть выпущен европейский стандарт EN 12469, озаглавленный «Биотехнология – Характеристики микробиологически безопасных лабораторных шкафов (боксов)».

Таблица 2.11. Четыре класса BL 1 – BL 4 биобезопасных лабораторий

Класс	Пояснение	Пример
BL 1	Обычный лабораторный стандартный шкаф	Обычные биохимические лаборатории, школьные и университетские лаборатории
BL 2	Специальное обучение мероприятиям для предотвращения лабораторных заражений. Соответствующая обработка отходов	Диагностические лаборатории, медицинские лаборатории
BL 3	Специальная лаборатория с давлением ниже атмосферного. Воздушные шлюзы для людей и материалов. Автоклав в помещении. Вся работа выполняется в лабораторном шкафу. Специальная деконтаминация отходов	Специальные безопасные лаборатории. Туберкулезные лаборатории
BL 4	Специальные лаборатории с полным во всех отношениях разделением персонала и микроорганизмов, давление ниже атмосферного, стерилизация	Лаборатории с высоким риском

Таблица 2.12. Стандарты на безопасные шкафы (обычно класса II)

Номер стандарта	Год	Страна	Наименование стандарта
NSF No. 49	1976	США	Биобезопасные лабораторных шкафы (боксы) класса II (Class II biohazard cabinetry)
BS 5727	1992	Великобритания	Спецификация на микробиологические безопасные лабораторные шкафы (Specification for microbiological safety cabinets)
DIN 12950	1984	Германия	Безопасные шкафы (Sicherheitswerkbanke) (на немецком языке)
JACA No.16, 17	1980	Япония	Стандарт биологического безопасного шкафа (Standard of biological safety cabinet)
AS 2252.1-2	1989	Австралия	Биологические безопасные шкафы, классы I и II (Biological safety cabinets. Classes I and II)
R^3-NORDIC	1988	Скандинавия	Нормы для безопасных рабочих мест (Norm for safety benches) (на шведском языке)

ДРУГИЕ СТАНДАРТЫ ПО ЧИСТЫМ ПОМЕЩЕНИЯМ

Как упомянуто во введении, продолжается большая работа по созданию международных стандартов по чистым помещениям. К ним относятся стандарты по проектированию чистых помещений, стандарты по мониторингу, подтверждающему соответствие чистого помещения требованиям класса, для которого оно разработано, стандарты по контролю заданной чистоты поверхности и т. д. Существуют также несколько Рекомендаций IEST, которые представляют интерес для проектировщиков. Некоторые из них описаны ниже.

Стандарты по чистым помещениям

Существует довольно много стандартов по чистым помещениям, которые следует принимать во внимание. Они перечислены в таблице 2.13 и содержат следующую информацию:

Таблица 2.13. Стандарты по проектированию чистых помещений

1	Вопросы проектирования чистых помещений (Consideration in cleanroom design)	IEST RP 012 (для США)	1993
2	Проектирование, строительство и эксплуатация чистого помещения и установок чистого воздуха (Design, construction and operation of cleanroom and clean air devices)	CEN prENV 1631 (для Европы)	1996
3	Проектирование, строительство и ввод в эксплуатацию чистых помещений (Design, construction and start-up of cleanroom facilities)	ISO 14644-4 и EN 14644-4: (международный и европейский)	2001
4	Руководство по GMP (рекомендации по проектированию и др.) (GMP Guide (advice on design, etc.))	EC GMP (для Европы)	1997

1. Вопросы проектирования чистых помещений – IEST RP 012, 1993 г.
В разработанных IEST рекомендациях рассматриваются факторы, которые следует принимать во внимание при проектировании чистых помещений. Рассмотрены следующие основные темы:

- *Процедуры планирования.* Эта часть содержит формулировку задания, а затем рассматривает цели и стратегию по отношению к критическим материалам, потокам, специальным требованиям и т. д. В ней также рассматривается определение потребностей.
- *Проектные требования.* Рассматриваются: моделирование воздушных потоков, скорость воздуха, система воздухоподготовки, температура, влажность, давление, выброс воздуха, загрязнение/я в субмикронном диапазоне размеров, микроорга-

низмы, шум, вибрация, влияние электростатических полей, системы заземления, освещение чистого помещения, устройства с локально управляемой средой (микро – и минизоны).

Имеются два информативных приложения:

Приложение А: Промышленные коды и стандарты и пр.
Приложение В: Условия для проведения измерений и классификации.

2. Проектирование, строительство и эксплуатация чистого помещения и установок чистого воздуха (Design, construction and operation of cleanroom and clean air devices) – CEN prENV 1631, 1996 г.

Это Европейский предстандарт, основанный на анализе проектирования чистых помещений, выполненном CEN между 1990 и 1993 гг. Его вероятный срок действия – два года и он будет заменен новым расширенным стандартом ISO 14644-4 (см. ниже) и EN 14644-4 для Европы.

3. Проектирование, строительство и ввод в эксплуатацию чистых помещений (Design, construction and start-up of cleanroom facilities) – ISO 14644-4 и EN 14644-4, 2001 г.

Этот стандарт ISO основан на предстандарте CEN 1631. Его действие распространяется на оборудование чистых помещений в целом, а его ценность заключается в том, что он не привязан к конкретным процессам и может применяться во всех областях, где используются чистые помещения.

Он определяет требования к проектированию и строительству чистых помещений и установок чистого воздуха (к тем и другим применяется термин «чистое оборудование»), но не предписывает определенных технологических или иных приемов, позволяющих удовлетворить этим требованиям. Стандарт может использоваться потребителями, поставщиками и проектировщиками и содержит контрольный перечень наиболее важных параметров чистых помещений.

В стандарте даны рекомендации по проектированию, включая требования по вводу в эксплуатацию и квалификации. Рассматриваются основные этапы проектирования и строительства, которые необходимы, чтобы гарантировать соблюдение требований к эксплуатации и обслуживанию чистых помещений.

Стандарт не касается специфики технологических процессов, которые могут быть размещены в чистых помещениях. Рассмотрены только требования к конструкции чистых помещений, определяющие условия их функционирования и обслуживания. Приводятся требования к:

- Перечню требований;
- Планированию и проектированию;
- Строительству и вводу в эксплуатацию;
- Испытаниям и утверждению их результатов;
- Ведению документации.

В разделе *«Ведение документации»* утверждается, что «Детали всего оборудования, все действия и процедуры обслуживания должны быть документированы. Документы

должны быть доступны для всего персонала, ответственного за ввод в эксплуатацию, функционирование и обслуживание оборудования».

Многие приложения дают информацию относительно концепций чистоты с примерами классификации, разработки и утверждения оборудования, планировки, строительства, использования материалов, фильтрации воздуха, дальнейшей спецификации и всестороннего контрольного перечня. В конце стандарта приведена библиография.

Нормативная часть *«Перечня требований»* – важный документ для соответствующего и необходимого соглашения между поставщиком и покупателем. Если такое соглашение выполнено с игнорированием указанных требований, его легко обойти.

4. Проектирование чистых помещений в Руководстве по GMP ЕС, 1997 г.
Приложение 1 к этому GMP определяет классы чистых помещений, описывает различные технологии производства, требования к помещениям и оборудованию и подробно останавливается на вопросах проектирования. К нему следует обращаться за консультациями при проектировании чистых помещений для фармацевтической промышленности.

Проектирование изоляторов и минизон

Использование изоляторов и минизон является относительно новым направлением в технике чистых помещений, поэтому руководства по их проектированию распространены не очень широко. Рабочая группа IEST в США, начиная с 1993 г., работала над рекомендациями по тематике «Минизоны». В 1996 г. в ISO была рабочая группа (№ 7) для разработки стандарта «Минизоны и изоляторы», название которого в 1998 г. было изменено на «Изолирующие установки чистого воздуха». В том же году эта группа представила проект стандарта ISO 14644-7 «Изолирующие установки чистого воздуха», который содержит полезные положения по проектированию и ссылки.

В Великобритании в 1995 г. было издано Руководство «Изоляторы для фармацевтического применения», HMSO, ISBN 0 11 701829 5.

Рекомендации (RP) Института исследования окружающей среды и технологии (IEST), США

До настоящего времени в США было разработано больше всего стандартов по чистым помещениям. Начало было положено в 1950-е гг. рядом военных и космических стандартов. Начиная с 1980 г. Институт исследования окружающей среды и технологии стал ведущим в этой области и создал около 30 рабочих групп для разработки стандартов по чистым помещениям, включая пересмотр стандарта FS 209. К 1997 г. было создано приблизительно 25 «Рекомендаций», и работа по их разработке и совершенствованию продолжается.

Рекомендации IEST не имеют юридического статуса стандартов, но дополняют их в области чистых помещений. Однако со временем они будут приобретать статус официальных документов с помощью ANSI (американского института стандартизации).

К порядковому номеру «Рекомендаций» добавляется число, которое обозначает номер издания. Обозначение RP 004.1 соответствует первому изданию RP 4, а RP 004.2 – второму (обычно последующие издания являются пересмотренными). Ниже в таблице 2.14. приведены существующие «Рекомендации» IEST, относящиеся к проектированию

чистых помещений. «Рекомендации» не содержат указаний на то, что данное издание является действующим, так как предполагается, что используется самое последнее издание.

Перечень всех «Рекомендаций» IEST наряду со стандартом FS 209E и военным стандартом 1246C приведен в «Справочнике по рекомендациям IEST».

Таблица 2.14. Практические Рекомендации IEST, полезные для проектировщика

RP 001	HEPA и ULPA-фильтры (HEPA and ULPA filters)
RP 002	Устройства подачи ламинарного потока чистого воздуха (Laminar-flow clean-air devices)
RP 003	Системные рекомендации по одежде для чистых помещений и других контролируемых сред (Garment system considerations for cleanrooms and other controlled environments)
RP 004	Оценка протирочных материалов, применяемых в чистых помещениях и других контролируемых средах (Evaluating wiping materials used in cleanrooms and other controlled environments)
RP 005	Перчатки и напальчники для чистых помещений (Cleanroom gloves and finger cots)
RP 006	Испытания чистых помещений (Testing cleanrooms)
RP 007	Испытания ULPA-фильтров (Testing ULPA filters)
RP 008	Ячейки адсорберов газов (Gas-phase adsorber cells)
RP 009	Справочник по стандартам, практическим рекомендациям, методикам и другим аналогичным документам по контролю загрязнений (Compendium of standards, practices, methods, and similar documents relating to contamination control)
RP 011	Словарь терминов и определений по контролю загрязнений (A glossary of terms and definitions relating to contamination control)
RP 012	Вопросы проектирования чистых помещений (Considerations in cleanroom design)
RP 013	Процедуры калибровки и аттестации оборудования (Equipment calibration or validation procedures)
RP 015	Технологическое и вспомогательное оборудование чистых помещений (Cleanroom production and support equipment)
RP 016	Скорость осаждения нелетучих осадков в чистом помещении (The rate of deposition of nonvolatile residue in cleanrooms)
RP 018	Уборка чистых помещений – методы выполнения и контроля (Cleanroom housekeeping-operation and monitoring procedures)
RP 020	Бланки и формы для ведения документации в чистых помещениях (Substrates and forms for documentation in cleanrooms)
RP 021	Испытания фильтрующих материалов HEPA и ULPA-фильтров (Testing HEPA and ULPA filters)

RP 022	Электростатический заряд в чистых помещениях и других контролируемых средах (Electrostatic charge in cleanrooms and other controlled environments)
RP 023	Микроорганизмы в чистых помещениях (Microorganisms in cleanrooms)
RP 024	Измерение и регистрация вибрации на предприятиях электронной промышленности (Measuring and reporting vibration in microelectronic facilities)
RP 026	Эксплуатация чистых помещений (Cleanroom operations)
RP 027	Практика и методики подготовки персонала в чистых помещениях и контролируемых средах (Personnel practices and procedures in cleanroom and controlled environments)
RP 028	Минизоны (Minienvironments)
RP 029	Применение автоматизированного распыления красителей (Automotive paint spray applications)
RP 031	Справочник строительных кодов: сборник рекомендаций по согласованию альтернативных кодов, применяемых в электронной промышленности (Building code reference handbook: a guide to alternative code compliance issues in the semiconductor industry)
RP 034	Испытания HEPA и ULPA-фильтров на утечку (HEPA and ULPA filter leak tests)

Стандарты по чистоте поверхностей

Классификация чистых помещений до сих пор почти полностью базировалась на аэрозольных частицах или находящихся в воздухе микроорганизмах. Часто влияние этих загрязняющих примесей проявляется в их оседании на поверхности или внутри материала. Были развиты методы изучения оседания или соударения частиц с поверхностями. В 1997 г. в Руководством по GMP ЕС были приведены данные по оседанию частиц-носителей микроорганизмов в чистых помещениях различных классов. В аэрокосмической и электронной промышленности для оценки качества поверхностей на рабочем месте использовались так называемые контактные или контрольные пластины (settling or witness plates). И в Германии (VDI), и в Соединенных Штатах (IEST) выполнялась работа, направленная на определение классов чистоты поверхности. Эта работа должна была основываться на 4-й части VDI 2083 и стандарта МО США Mil. Std. 1246.

Если в проекте указан не только обычный класс ISO по аэрозольным частицам, но и седиментационные характеристики, проектировщик должен проконсультироваться с заказчиком чистого помещения.

СТАНДАРТЫ ПО ПРОЕКТИРОВАНИЮ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ – ВЫБОР ТЕХНИЧЕСКИХ КОНЦЕПЦИЙ И РЕШЕНИЙ, МАТЕРИАЛОВ, ОБОРУДОВАНИЯ И ПР.

Стандарт часто содержит два типа информации: обязательную для выполнения (нормативную часть) и рекомендательную, являющуюся полезным советом (информативную

часть), иногда изложенную в дополнениях. Часто информативная часть намного больше, чем нормативная. Поскольку стандарты не пишутся для чистых помещений в конкретном производстве и не должны сковывать техническое развитие, подход, который в них изложен, должен быть общим. Поэтому стандарты не содержат технических деталей, специфических для фармацевтического, электронного и др. производства, и они разочаруют тех, кто ищет конкретные практические рекомендации и решения. Однако чтение стандарта и консультации с экспертами могут помочь найти необходимые практические и детальные решения.

Примером такого подхода являются рекомендации относительно воздушных шлюзов в BS 5295 и в GMP EC. Указания, приведенные в этих двух стандартах, полезны, но не конкретны.

BS 5295 (1989) Часть 2: Руководство A.2.2

Обычно для поддержания избыточного давления и целостности контролируемого пространства во время входа и выхода необходимо использование, по крайней мере, одного воздушного шлюза.

При передаче материалов внутри помещения должны использоваться поперечные скамьи или другие системы разграничения, а также процедуры и устройства для очистки. Следует предусмотреть раздельное прохождение материала и персонала. Должны быть приняты меры, гарантирующие, чтобы входные и выходные двери воздушного шлюза не были открыты одновременно. В обоих случаях двери должны иметь прозрачные окна, обеспечивающие прямой обзор. Следует предусмотреть использование электрической и/или механической системы блокировки, включая аудиовизуальные индикаторы.

GMP EC (1997) Дополнение 1:28

Обе двери воздушного шлюза не должны быть открыты одновременно. Для предотвращения одновременного открывания более чем одной двери должны использоваться блокирующая система или визуальная и/или звуковая система предупреждения.

В таблице 2.15 приведен перечень стандартов, которые содержат полезные рекомендации по проектным требованиям к материалам, оборудованию и т. д., используемым в чистых помещениях. Ссылки на стандарты и другие материалы можно найти в Интернете, посетив веб-сайт ICCCS по адресу: http://www.icccs.org.

СТАНДАРТЫ ПО ЧИСТЫМ ПОМЕЩЕНИЯМ

В таблице 2.16 приведен список стандартов, относящихся к чистым помещениям, разделенный на три основных части: стандарты общетехнического содержания, стандарты по биозагрязнениям и стандарты по изоляции загрязнений. Названия разработчиков стандарта приводятся в сокращении, расшифровка которых (вместе с адресом разработчика) дается в следующей части главы.

Таблица 2.15. Стандарты по проектированию

FDA	FDA, США; Руководство по GMP	1987
BS 5295	Британский стандарт 5295, Части 1 и 2	1989
FS 209E	Федеральный стандарт США 209E (главным образом, приложения)	1992
PIC GMP	Руководство PIC по GMP; PH 5/92	1992
IEST RP-CC 012.1	Рекомендации IEST «Вопросы проектирования чистых помещений» (Considerations in cleanroom design)	1993
HMSO -95	Изоляторы для применения в фармацевтической промышленности (Isolators for Pharmaceutical Applications), ISBN 0 11 701829 5	1995
GMP EC	GMP EC, приложение 1: Руководство по производству стерильных лекарственных средств (Guidelines for the manufacture of sterile medicinal products)	1997
ISO 14644-1	Стандарт ISO «Классификация чистоты воздуха», часть приложений	1999
ISO 14644-4	Стандарт ISO «Проектирование, строительство и ввод в эксплуатацию»	2001

Таблица 2.16. Стандарты, относящиеся к чистым помещениям

Страна	Год	Обозначение	Язык	Издание
стандарты общетехнического содержания				
Классы аэрозольной чистоты воздуха в чистых помещениях и чистых зонах (Airborne Particulate Cleanliness Classes in Cleanrooms and Clean Zones)				
США	1992	FS 209E	английский	GSA
Вопросы проектирования чистых помещений (Consideration in Cleanroom Design)				
США	1993	IEST-RP-CC012.1	английский	IEST
Чистые помещения и рабочие места – принципы контроля чистых объемов (Cleanrooms and Work-Stations-Principles of Clean Space Control)				
Австралия	1989	AS 1386.1	английский	SAA
Чистота сред в замкнутых объемах (Environmental Cleanliness in Enclosed Spaces)				
Великобритания	1989	BS 5295	английский	BSI
Определение и классификация аэрозольной чистоты воздуха и других газов (Definition et Classification de la Proprete Particulaire de l'Air et d'autres Gaz)				
Франция	1981	X44101	французский	AFNOR
Техника чистых помещений – основные принципы, термины и определение классов чистоты (Clean Room Engineering-Fundamentals, Definitions, and Determination of Cleanliness Classes)				
Германия	1990	VDI 2083, part 1	немецкий и английский	VDI

Техника чистых помещений – строительство, эксплуатация, обслуживание (Clean Room Engineer-ing-Construction, Operation, Maintenance)

Германия 1992 VDI 2083, part 2 немецкий и английский VDI

Методы измерений аэрозольных частиц в чистых помещениях и методы определения чистоты воздуха в чистых помещениях (Measuring Methods for Airborne Particles in Clean Rooms and Evaluating Methods for Air Cleanliness of Clean Rooms)

Япония 1989 JIS B 9920 японский, английский перевод JIS

Классификация аэрозольной чистоты воздуха в чистых помещениях и чистых зонах (Classification of Airborne Particulate Cleanliness for Cleanrooms and Clean Zones)

ИСО 1999 ISO 14644-1 английский ISO

Требования к испытаниям и постоянному контролю чистого помещения с целью подтверждения соответствия требованиям стандарта ISO 14644-1 (Specification for Testing and Monitoring Cleanrooms and Clean Zones to Prove Continued Compliance with ISO 14644-1)

ИСО 1999 ISO 14644-2 английский ISO

стандарты по биозагрязнениям

GMP по производству лекарственных средств в медицине и ветеринарии (GMP for Human and Veterinary Drugs)

США 1976 21 CFR Part 211 английский FDA

Валидация асептического розлива жидких лекарственных средств (Validation of Aseptic Filling for Solution Drug Products)

США 1980 Techn. Monogr. No 2 английский PDA

Руководство по GMP для медицинской продукции (Guide to GMP for Medicinal Products)

ЕС 1992 английский EEC

Руководство по GMP для фармацевтического производства (Guide to GMP for Pharmaceutical Products).

Европа 1992 PH 5/92 английский, немецкий, французский PIC at EFTA

Руководство по производству стерильных лекарств, производимых в асептических условиях (Guidelines on Sterile Drug Products, Produced by Aseptic Processing)

США 1987 английский FDA

Контроль биозагрязнений (Biocontamination Control)

ИСО 1999 ISO 14698-1, -2, -3 английский ISO

стандарты по изоляции загрязнений

Директива ЕС (EC Directive) 90/219/EEC

Европа 1990 90/219/EEC английский EC, Brussels

Федеральный регламент (Federal Register) 56: Recombinant DNA Research-Action and Guidelines

США 1991 английский NIH

EN 1620: Биотехнология: крупномасштабная обработка и производство (Biotechnology: Large Scale Processing and Production)

Европа 1997 EN 1620 английский EuroNorm, Brussels

Стандарты ISO, подобные ISO 14644-1, можно получить в ISO в Женеве или в национальных организациях или институтах стандартизации (подобно BSI в Великобритании). Документы CEN могут быть приобретены только в национальных организациях или институтах стандартизации. Фармацевтические документы обычно могут быть получены в правительственных фармацевтических бюро (комитетах) в каждой стране или в международных организациях, подобных EPC или ВОЗ (WHO), чьи адреса даются ниже.

СОКРАЩЕНИЯ И ОБОЗНАЧЕНИЯ ИСТОЧНИКОВ ИНФОРМАЦИИ

В следующем списке даны пояснения как к сокращениям, данным в тексте, так и к источникам информации. Полезную информацию можно получить в 16 обществах по контролю загрязнений. Эти общества, которые являются членами ICCCS, представляют Австралию, Бельгию, Бразилию, Китай, Данию, Финляндию, Францию, Германию, Италию, Японию, Нидерланды, Норвегию, Россию, Шотландию, Южную Корею, Швецию, Швейцарию, Великобританию и Соединенные Штаты. Их секретариаты доступны через ICCCS, веб-сайт которой расположен в интернете на странице: http://www.icccs.org.

ANSI	American National Standards Institute, 1430 Broadway, New York, NY 10018, USA.
ASHRAE	American Society of Heating, Refrigeration and Air-Conditioning, 1791 Tullie Circle NE, Atlanta, GA 30329, USA.
ASTM	American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, PA 19103, USA.
BSI	British Standards Institution, 389 Chiswick High Road, London W4 4AL, UK.
CEN	Committee European Normalization, Rue De Stassart 36, 1050 Brussels, Belgium.
DFG	Deutche Forschungsgemeinschaft, Kennedy Allé, D-5300, Bonn 2, Germany.
DIN	Deutsches Institute für Normierung e.V. Normenausschuss Medicin, Beuth Verlag, GmbH, D-1000 Berlin 30, Germany.

EPC	European Pharmacopia Commission, Strassbourg, France.
EUR-OP	Office for Official Publications of the European Community, 2 Rue Merciere, 2985, Luxemburg.
EUROVENT	Secretariate of EUROVENT, (European Committee of HVAC Equipment Manufacturers) Bauernmarkt 13, Vienna, Austria.
FDA	Food and Drug Administration Division of Drug Quality Compliance, Center for Drugs and Biologies, 5600 Fishers Lane, Rockville,-MD 20857, USA.
FIP	Federation International Pharmacie, The Haag, The Netherlands.
GSA	General Services Administration, GSA Service Center, Seventh & D Streets, SW, Washington, DC 20407, USA.
HIMA	Health Industry Manufacturers Association, 1030 15th Street NW, Washington DC, USA.
HMSO	Her Majesty's Stationery Office, 49 High Holborn, London WC1V, UK.
ICCCS	International Committee of Contamination Control Societies, c/o SRRT, Switzerland (see below).
IEST	Institute of Environmental Science and Technology, Mt Prospect, IL, 60056-3444, USA.
ISO	International Organization for Standardization, TC 209 Alexander Gorshkov. 1 Rue De Varembe, CH-1211 Geneve 20, Switzerland.
IKH	Interkantonale Kontrollstelle fur Heilmittel. (Intercantonale Office for the Control of Medicaments, IOCM) 3000 Bern 9, Switzerland.
JIS	Japanese Industrial Standards Committee, Standards Department, Ministry of International Trade and Industry, 1-3-1 Kasumegaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8921, Japan

NCI	National Cancer Institute, Bethesda, MD 20205, USA
NIH	National Institute of Health, Bethesda, MD 20205, USA.
NSF	National Sanitation Foundation 3465 Plymouth Rd, P.O. Box 1468 Ann Arbor, MI 48106, USA.
PIC	Secretariate of PIC, 9-11 Rue de Varembe, Geneva 20, Switzerland
SAA	Standards Association of Australia, Standards House, 80 Arthur St., North Sydney, NSW-2059, Australia
GSA	Schweizerische Gesellschaft fur Rein Raum Technik, Langwisstrasse 5, CH-8126 Zumikon, Switzerland.
VDI	VDI Verlag Publication (publications) PO Box 1139, D-4000 Dusseldorf, Germany.
VDI	Verein Deutsche Ingenieure, Graf-Recke Strasse 84, D-4000 Düsseldorf, Germany.
WHO	World Health Organization, Geneva, Switzerland.

БЛАГОДАРНОСТИ

Таблица 2.5 воспроизведена с разрешения BSI – Британского Института Стандартизации.

3

Проектирование чистых помещений для микроэлектронной промышленности

ДЖ. Г. КИНГ (J. G. KING)

ВВЕДЕНИЕ

Рождение и детские годы чистых помещений пришлись на период Второй Мировой войны, что обусловлено бурным развитием оборонной науки и интенсивным ведением военных действий. Концепция и технология проектирования созрели в медицинской и фармацевтической областях. Юность чистых помещений совпала с периодом гонки в космосе и, наконец, зрелость наступила в ответ на вызов промышленности страны Лиллипутии – мира микроэлектроники, где частицы микронного размера подобны глыбам величиной с автомобиль, а загрязнения в количестве одна часть на триллион могут стать критическими.

Требования к пространству, в котором должны быть обеспечены почти идеальные условия, необходимые технологическим процессам мира микроэлектроники, были и остаются очень жесткими. Высочайшее качество изделий, постоянная борьба за повышение производительности требуют точного контроля и координации между технологическим оборудованием, инженерным обеспечением и организацией работ, и все это базируется на точном соблюдении параметров окружающего пространства, основывающимся в свою очередь на современных технологиях чистых помещений.

Комплекс инженерных решений по контролю и управлению чистотой, охватывающий оборудование, материалы и профессиональное мастерство персонала, стал настолько совершенным, что загрязнения в технологических системах и в рабочем пространстве не являются больше ограничительным фактором для производства. Но если это так, то в чем же сложности при проектировании чистых помещений для микроэлектроники? Очевидно, что цель чистых помещений – обеспечить отсутствие загрязнений в том пространстве, где производится чистый продукт. Следовательно, соблюдение утвержденных процедур должно привести к желаемому результату, но загрязнения имеют свойство появляться неожиданно, и не всегда их источник очевиден. Чистые помещения, технологический процесс, оборудование и средства управления – все это в равной степени

может быть источником загрязнений. В те времена, когда технология была еще юной, первым – и часто оправданным – предположением в таких случаях был вывод о неисправности всего комплекса чистого помещения. Современные чистые помещения соответствуют значительно более высоким требованиям и оснащены системами управления и контроля, позволяющими быстро получить информацию о параметрах помещения. С их помощью можно поэтапно проверить всю технологию, технологическое оборудование и весь производственный процесс.

Границы области контроля и защиты от загрязнений значительно расширились, и теперь для того, чтобы считаться специалистом в области контроля загрязнений, необходимо принимать участие в решении сложных проблем смежных областей (и нести полную ответственность за последствия этих решений), участвовать в оценке работы оборудования, в обучении персонала методам защиты от загрязнений, а также вникать в другие бесчисленные вопросы тотального контроля загрязнений.

ПРОИЗВОДСТВО ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ МИКРОСХЕМ

Производители приборов микроэлектроники очень широко используют чистые помещения. Современные технологические операции проводятся почти на молекулярном уровне, а с точки зрения физики процесса работа изделия зависит от чистоты материала, измеряемой на уровнях *ppt* (part per trillion), т. е. ниже, чем один атом примеси на триллион (10^{12}) атомов основного вещества. Подобные концентрации обычно не воспринимаются в любых других областях деятельности человека.

В двадцатом веке сначала германий, а затем кремний удивили мир. Это произошло потому, что они являются электрическими полупроводниками. Полупроводники получили свое название из-за способности иногда проводить электрический ток, а иногда нет. Это свойство зависит от их внутренней структуры на атомарном уровне и от места их расположения в электрической схеме. Для создания полупроводникового эффекта в структуру вещества при производстве могут быть добавлены атомы определенных элементов. Существует много видов полупроводниковых устройств, основные функции которых – усиление напряжения, переключение, создание дополнительного сопротивления и индуктивности. В комбинации с диодами и транзисторами они формируют основу полупроводниковой микросхемы.

Для тех, кто мало знаком с предметом, приведем некоторые краткие сведения по технологии изготовления микросхем вместе с требованиями по уровню чистоты на отдельных производственных этапах. В качестве примеров мы используем сверхбольшие интегральные схемы (СБИС) и технологию CMOS (комплементарная структура металл-оксид-полупроводник).

В общем случае производство интегральных микросхем можно разделить на три фазы: производство материалов, изготовление пластин, а также сборка с испытаниями и измерениями.

Материалы

Этапы процесса, начиная с обработки кварцевого песка, приведены в таблице 3.1.

Большинство операций из этого перечня проводятся в обычных заводских условиях. Защита от загрязнений обеспечивается по большей части тем, что процесс проводится

внутри изолированных зон. Подготовка шихты для вытягивания кристалла методом Чохральского, так же как очистка тигля, должны проводиться в чистом помещении с контролируемым уровнем чистоты – минимум класса ИСО 5 (класс 100). Любое загрязнение, появляющееся на этом этапе, попадет в слиток и станет причиной сбоя в процессе выращивания монокристалла или причиной появления нежелательных электрических свойств пластины.

Таблица 3.1

№	Исходный материал	Оборудование	Продукт
1	Песок, уголь, кокс, щепки дерева.	Дуговая электропечь, 2000°C	Кремний металлургического уровня (КМУ) – 98% Si
2	КМУ (порошок), HCl (газ) + катализатор	Реактор 300°C	Неочищенный $SiHCl_3$ (трихлорсилан)
3	$SiHCl_3$ (неочищенный)	Ректификационная колонна	Чистый $SiHCl_3$
4	$SiHCl_3 + H_2$	Реактор	Кремний электронной чистоты (КЭЧ) – 99,99% и чище
5	КЭЧ	Установка выращивания кристаллов по Чохральскому – высокая температура, атмосфера – инертный газ	Слиток монокристалла кремния
6	Монокристалл кремния – слиток	Специальный шлифовальный станок	Ровный полированный цилиндр из Si с фасками по всей длине для определения кристаллической ориентации
7	Полированный цилиндр Si	Алмазная пила	Диски с одной или двумя плоскими фасками
8	Диски	Шлифовальная, притирочная и полировальная машины	Пластины, готовые к производству интегральных микросхем

Последняя часть процесса также требует чистой контролируемой среды (минимум ИСО 5), чтобы оборудование могло обеспечить требуемые уровень чистоты поверхности, толщину, конусность и плоскостность. Большое внимание должно быть уделено и защите от попадания на поверхность подвижных ионов или легирующих добавок. Высокие температуры, присущие процессам дальнейшей обработки пластин, способствуют внедрению этих элементов внутрь кристаллической структуры и нарушению заданных электрических свойств.

Представленное здесь описание полного технологического процесса значительно упрощено, в нем полностью опущены многочисленные испытания, этапы очистки и настройки, необходимые для того, чтобы получить требуемую степень чистоты, размеры кристалла, его ориентацию, равномерность и объем заданных электрических свойств. Кроме того, в таблице рассмотрено использование в качестве полупроводникового материала только кремния. К числу других материалов, используемых сегодня, относятся полиметаллические полупроводники, кремний (или другой полупроводник), нанесенный на стекло, сапфир, алмаз и т. д. Производство этих материалов не отрицает требований по соблюдению чистоты. Напротив, подобное усложнение процесса обычно приводит к появлению дополнительных механизмов внесения загрязнений, которые наносят ущерб качеству и функциональным свойствам, что, как правило, приводит к более жестким требованиям по соблюдению чистоты.

Производство пластин

На этом этапе в объеме или на поверхности полированной кремниевой пластины создаются все активные и пассивные элементы полупроводниковой микросхемы. Взглянув в микроскоп на ее поперечное сечение, можно увидеть слой чистого кремния, измененного либо внедрением в металл на заданную глубину атомов легирующих веществ с заданной концентрацией, либо удалением металла травлением, либо осаждением слоев окиси кремния с последующим выборочным травлением и заменой на алюминий или на кремний с другими примесями, после чего слои селективно протравливаются и заменяются оксидом или металлом. Процесс повторяется многократно, создаются новые слои, которые накладываются один на другой и соединяются с помощью внутренних контактов, стабилизируются, пассивируются и т. д.

Технология включает: нагрев до 1100°С; воздействие исключительно агрессивных химикатов; погружение в пары ядовитых веществ, требующих самой тщательной защиты персонала; выдержку в интенсивном потоке ионизирующего излучения и обработку в высокотемпературной ионизованной плазме. Все эти операции требуются при создании микросхем и активных элементов с критическими размерами менее чем 0,01 мкм. В одном устройстве могут быть миллионы активных элементов (диодов или транзисторов), связанных между собой. Все они размещаются на кристалле площадью около одного квадратного сантиметра. Так как все размеры определяются фотолитографическим процессом, успех или неудача производства полностью определяется уровнем загрязнений. Минимальный требуемый для производства класс чистоты – это ИСО 5 (класс 100), а для наиболее ответственных операций необходим класс ИСО 3 (класс 1) или даже более высокий уровень чистоты.

Технологические операции, встречающиеся в производстве пластин, представлены в таблице 3.2.

Такой набор и последовательность операций не всегда обязательны, однако они представлены здесь для того, чтобы показать сложность и необходимость громадного количества технологических шагов. Известно, что приведенная последовательность операций (или ее часть) при изготовлении одной микросхемы может быть повторена много раз. Сложность технологии возрастает из-за необходимости прецизионных измерений, проверок и очистки, которые требуется проводить между этапами по крайней мере один раз.

Таблица 3.2

№	Заготовка	Операция/Оборудование	Продукт
1	Полированная пластина	Диффузионная печь или эпитаксиальный реактор (высокая температура и атмосфера с парами воды)	Пластина со слоем SiO_2 на поверхности
2	Пластина со слоем оксида (окисленная пластина)	Нанесение слоя фоторезиста	Окисленная пластина с нанесенным слоем фоторезиста
3	Пластина со слоем фоторезиста	Формирование рисунка (экспонирование слоя фоторезиста ультрафиолетом или пучком электронов через фотошаблон)	Пластина с экспонированным рисунком в слое фоторезиста
4	Пластина с экспонированным слоем фоторезиста	Проявлеиие (вымывание экспонированных или неэкспонированных участков – в зависимости от типа фоторезиста)	Пластина с рисунком в слое фоторезиста
5	Пластина с рисунком в слое фоторезиста	Травление (удаление части окисла с поверхности, не покрытой фоторезистом)	Вскрыты области кремния в оксиде на пластине
6	Пластина с рисунком в слое оксида	Диффузионная печь или ионный имплантер (внесение примеси во вскрытый кремний)	Пластина с участками кремния, легированного примесями
7	Пластина с участками кремния, легированного примесями	Удаление фоторезиста (плазмой или в жидких растворителях) после ионной имплантации	Чистая поверхность, готовая к дальнейшим процессам
8	Чистая пластина	Реактор (осаждение слоя кремния)	Новый слой активного кремния
9	Пластина с новым слоем	Повторение шагов 2 ÷ 7	Пластина с чистой поверхностью
10	Чистая пластина	Реактор распыления (нанесение слоя алюминия)	Проводящий слой металла
11	Пластина с металлом на поверхности	Повторение шагов 2 ÷ 7	Чистая поверхность

12	Чистая пластина с металлизированными межсоединениями *Повторение операций необходимое количество раз*	Повторение шагов из последовательности 1 ÷ 7	Чистая поверхность
13	Очищенная пластина	Реактор (осаждение нитрида)	Пластина с защищенной поверхностью
14	Пластина с защищенной поверхностью	Травление обратной стороны (утонение)	Утоненная пластина
15	Утоненная пластина	Металлизация обратной стороны	Пластина с электрическим контактом на обратной стороне

Создание чистоты в зоне работы с пластинами обусловлено требованием защиты незавершенного производства от загрязнений[1]. Существует правило, которое устанавливает, что максимально допустимый размер контролируемых частиц составляет 0,1 от минимального критического размера на микросхеме. Например, если минимальный размер затвора транзистора составляет 1 мкм, то частица диаметром 0,1 мкм и более может вызвать появление дефекта. Другие типы и источники загрязнений, например, растворенные в деионизованной воде вещества, также могут создать «дефекты-убийцы», происхождение которых не всегда возможно проследить.

Исходя из изложенного выше, очевидно, что в зоне обработки пластин крайне важно осуществлять контроль загрязнений на всех этапах работы, пока пластина полностью не защищена (см. п.13 таблицы 3.2).

Сборка и тестирование

Это третья фаза производства, во время которой каждая микросхема тестируется, отделяется от пластины, монтируется на жесткую подложку или на выводную рамку, контактные площадки на чипе электрически соединяются с выводами на рамке, после чего изделие корпусируется, окончательно тестируется и отгружается. Обычно на этом этапе требуется чистота класса ИСО 7 (10 000) и ИСО 5 (100).

Проводимые при этом операции приведены в таблице 3.3.

Потребность в чистоте на этом этапе значительно отличается от двух предыдущих – микросхема уже изолирована от возможного атомарного и ионного загрязнения, но еще необходима защита от больших проводящих частиц, которые могут закоротить выводы между собой. Кроме того, должна быть обеспечена защита от электростатических зарядов и разрядов (схема очень уязвима, даже разряд 12 В может вывести ее из строя).

[1] Незавершенное производство (НЗП) – пластины, находящиеся в чистом помещении во время межоперационного хранения *(Прим. ред.)*.

Попадание масла или другого вещества на поверхность микросхемы может нарушить герметичность, адгезию пластика или чернил для маркировки. Пленки или частицы на поверхности могут также препятствовать получению хороших электрических контактов и быть причиной ошибочных показаний при тестировании. Существует принципиальная разница между размерами загрязняющих частиц и их количеством. При производстве пластин фатальными могут быть загрязнения, которые так малы, что их не всегда видно даже в микроскоп. При сборке и тестировании возникает иная ситуация – частицы или загрязнения другого вида, приводящие к выходу изделия из строя, могут быть слишком велики, чтобы искать их с помощью микроскопа.

Итак, мы представили краткое описание технологических процессов и тех проблем, которые вызываются загрязнениями. Приведенные иллюстрации носили упрощенный характер, чтобы показать важность возможных проблем. Сейчас мы должны перейти к рассмотрению того, как следует проектировать чистые зоны, чтобы они удовлетворяли требованиям для производства полупроводников.

Таблица 3.3

№	Заготовка	Операция	Продукт
1	Готовая пластина	Многозондовая установка и тестер (проверка функционирования каждой схемы)	Проверенная пластина. Бракованные схемы отмечены чернильной точкой (краской)
2	Проверенная пластина	Фиксация (пластина фиксируется на пластиковой подложке, закрепленной на металлическом кольце)	Пластина готова к резке (разделению на чипы)
3	Пластина на подложке	Дисковая резка (алмазная дисковая пила прецизионно режет пластину на отдельные кристаллы)	Разделенные кристаллы удерживаются за счет сил адгезии на пластике
4	Разделенные кристаллы на пластике	Посадка кристаллов (вакуумный инструмент отделяет хорошие микросхемы и устанавливает их на жесткое основание выводной рамки)	Интегральная схема на выводной рамке
5	Интегральная схема на выводной рамке	Присоединение проводников (золотая проволока приваривается к интегральной схеме и к выводной рамке)	Интегральная схема электрически соединена с выводами рамки
6	Интегральная схема с электроконтактами	Корпусирование (герметизация пластмассой)	Интегральная схема, готовая к проверке
7	Готовая интегральная схема	Выходное тестирование (продолжительные испытания в эксплуатационных условиях и при экстремальных параметрах окружающей среды)	Интегральная схема, готовая к отгрузке

ПРАВИЛА ПРОЕКТИРОВАНИЯ

Комплексы для изготовления пластин – одни из самых дорогих в строительстве и эксплуатации. Положение усугубляется еще и тем, что дорогостоящее современное оборудование может потребовать замены уже в течение двух лет, а средняя продолжительность жизни завода по производству пластин обычно составляет пять лет. Следовательно, производство микросхем должно быть достаточно прибыльным, чтобы окупить затраты на строительство в течение двух лет, в противном случае успех предприятия маловероятен. Поэтому очень важно во время проектирования четко держать в голове задачу минимизации затрат на строительство и эксплуатацию чистых помещений.

Ниже будут рассмотрены правила, направленные на уменьшение этих затрат:

Исключайте излишества при проектировании. Создание сплошного вертикального потока воздуха, проходящего через пол на рециркуляцию и обеспечивающего класс чистоты ИСО 3 (класс 1) – это наиболее гибкое, легкое и универсальное решение. Но подобное решение является и гарантией чрезмерной стоимости строительства и эксплуатации. Если вы определите рабочие зоны, наиболее уязвимые к загрязнениям, а затем изолируете их с помощью каких-либо перегородок (стекло, панели, пластик), то сможете снизить площадь наиболее дорогостоящих зон вплоть до 5% от общей площади чистого помещения.

Проектируйте гибкое производство. Любую систему старайтесь сделать способной к реорганизации, перемене оборудования, замене стен, фильтров, рециркуляционных систем, инженерных коммуникаций и т. п. Такой подход позволит снизить издержки в долговременной перспективе, а самое главное – приведет к минимальному неудобству для производственного процесса. Вы можете быть абсолютно уверены, что замена оборудования и технологий неизбежна, причем совершенно очевидно, что прежние планировки потребуют изменений, в том числе и в инженерных коммуникациях. Следовательно, необходимо предусматривать возможности расширения и перестройки чистого помещения.

Уменьшайте критическое пространство. Везде, где возможно, отгораживайте технологическое оборудование перегородками. Это позволит отделить маршрут движения продукта от оборудования и обслуживающего персонала. Зона, в которой находятся изделия (самый высокий уровень чистоты), должна быть максимально уменьшена по сравнению с зонами управления и размещения оборудования (более низкий класс чистоты). Именно здесь может быть достигнута наиболее значительная экономия. В идеальном случае в пространстве, в котором присутствует изделие, должен находиться только правильно обученный и правильно одетый персонал и устройства обращения с материалами (пластинами). В дальнейшем ручные загрузочные устройства могут быть легко заменены на автоматическую систему (если целесообразность этого подтвердит экономический анализ). Различие между уровнем загрязнений при использовании роботов или правильно одетого и обученного персонала невелико, поэтому пока целесообразность подобной замены вызывает сомнение.

Соблюдайте принцип достаточности. Проектируйте чистые помещения только там, где это необходимо, и только такого класса, который необходим. Это приведет к успеху.

Запомните, что чистая зона подобна вакууму – природа не терпит чистоты! Чем более чистой является зона, тем более существенны для нее утечки и перепад давления. Таким образом, всегда приемлемо решение, при котором чистую зону окружает буферная зона с меньшим уровнем чистоты и меньшим относительно чистой зоны давлением. Даже вход и выход из неконтролируемого пространства, осуществляемый через воздушный шлюз, создает вероятность для попадания загрязнений в чистую зону.

Всегда проверяйте технологическое оборудование. Перед установкой в чистом помещении технологическое оборудование должно быть тщательно очищено и проверено на наличие оставшихся загрязнений, а также на генерацию частиц или на способность их задерживать. Получите от производителя сертификат, в котором указан гарантируемый максимальный уровень загрязнений, генерируемых оборудованием, выраженный в количестве частиц, выделяющихся на одну пластину за один проход или в других единицах, свойственных этому оборудованию и поддающихся измерению. Такие гарантии изготовителя должны быть обязательным условием при закупке, поскольку источники загрязнений имеют огромное влияние на выход годной продукции.

Проектируя системы снабжения энергоносителями и технологическими средами:

1. Обеспечивайте доступ для подключения оборудования без необходимости останавливать работу системы или чистого помещения.
2. Обеспечивайте соответствующие скорости любых технологических потоков на таком уровне, чтобы исключить образование застойных зон и накопление загрязнений.
3. Предотвращайте колебания давления и других параметров во время рабочего цикла. Даже небольшие вариации могут иметь губительные последствия для изделия. Это правило обязательно не только для входа, но и для выхода всех систем подачи и отвода технологических систем:
   - подготовки и распределения газов;
   - подготовки и распределения жидкостей;
   - электроснабжения и заземления.
4. Предусматривайте на всех линиях разводки газов и жидкостей (кроме деионизованной воды) через определенные расстояния точки крепления и запорные вентили, чтобы иметь возможность осуществлять дополнительные подключения без опасности загрязнить технологическую линию, поскольку она после загрязнения практически не поддается очистке. Система деионизованной воды должна быть оснащена изолированными вентилями и соединениями для стерилизации в связи с возможной необходимостью:
   - подводки новых линий и ответвлений;
   - выполнения стерилизации;
   - проведения проверки подтверждения стерильности и чистоты;
   - доступа в систему.
5. Всегда предусматривайте размещение финишной фильтрации газов и жидкостей после всех клапанов, пробоотборников и измерительных устройств, т. е. чтобы фильтр был последним элементом перед точкой их использования. Это очень важно по двум

причинам: во-первых, оборудование может быть заменено или модифицировано, а трубопроводная система при этом останется чистой, и, во-вторых, пока не существует вентилей, которые при работе не вносили бы в технологический поток частицы, способные оказать влияние на выход годных изделий или стать причиной брака.

Избавляйтесь от вибрации и электромагнитных помех. Вибрация и электромагнитные поля стали весьма опасными для производства. Оба эти фактора имеют много схожего и должны учитываться при проектировании на самой ранней стадии – при выборе площадки для строительства. Площадка принимается после изучения ее сейсмической активности, свойств грунта, близости к железным дорогам, скоростным трассам, аэродромам, взлетно-посадочным полосам, промышленным предприятиям и водным пространствам, поскольку волны, ударяясь о берег, генерируют колебания земли очень опасной низкой частоты, которые чрезвычайно трудно ослабить. Расположенные поблизости от площадки большие электрические машины с вращающимися частями создают как вибрацию почвы, так и электромагнитное поле, напряженность которого меняется как квадрат мощности. Линии высокого напряжения не только генерируют электромагнитные поля, но также могут вызвать вибрацию некоторых элементов конструкций с частотами, кратными (или дробными) несущей частоте.

Все эти (и прочие) факторы должны быть оценены экспертами, знакомыми с требованиями к производству микроэлектроники, до того, как будет принято решение о строительстве. Деньги и время, затраченные на исследования, могут сэкономить огромные средства, которые потребуются для исправления ошибок. В любом случае полученные данные необходимы для определения параметров при проектировании фундаментов, колонн, элементов конструкций здания и т. п.

Определите, как должно строиться чистое помещение. Успех проекта чистого помещения в значительной степени зависит от того, что положено на бумагу, и как это построено. Однако часто игнорируется одна особенность, хотя она и находится в сфере компетенции проектировщика – это определение момента, когда и на какой стадии строительства должна быть задействована система контроля за чистотой. Возможно, это самое главное указание, которое может сделать проектировщик. От его своевременности зависит количество строительной грязи, которая в дальнейшем может серьезно повлиять на производство. Грязь, внесенная в помещение во время строительства, может выделяться в ходе технологических процессов и, таким образом, предопределить успех или провал будущего предприятия. Мои рекомендации заключаются в том, что процедуры по обеспечению чистоты надо начинать реализовывать сразу же после окончания «грязных» строительных работ до монтажа систем обслуживания, различных коммуникаций и установки технологического оборудования. Именно с этого момента необходимо проводить постоянную очистку для предотвращения неприятностей, которые могут возникнуть позже. Процедуры по обеспечению чистоты должны включать: вакуумную уборку (с использованием щеток) всех поверхностей, влажную очистку с использованием неионогенных поверхностно активных веществ, споласкивание деионизованной водой и окончательную протирку – вплоть до момента пуска систем обеспечения. Соблюдение таких процедур даст возможность достичь проектных параметров чистоты в помещении буквально за секунды после включения системы, а впоследствии иметь дело лишь с незначительными отклонениями от их значений.

ОСОБЕННОСТИ ПРОЕКТИРОВАНИЯ

Планировка

Проектирование чистых помещений для полупроводниковой промышленности развивается уже много лет. На рис. 3.1 представлена конструкция чистого помещения, которая была популярна в последние годы.

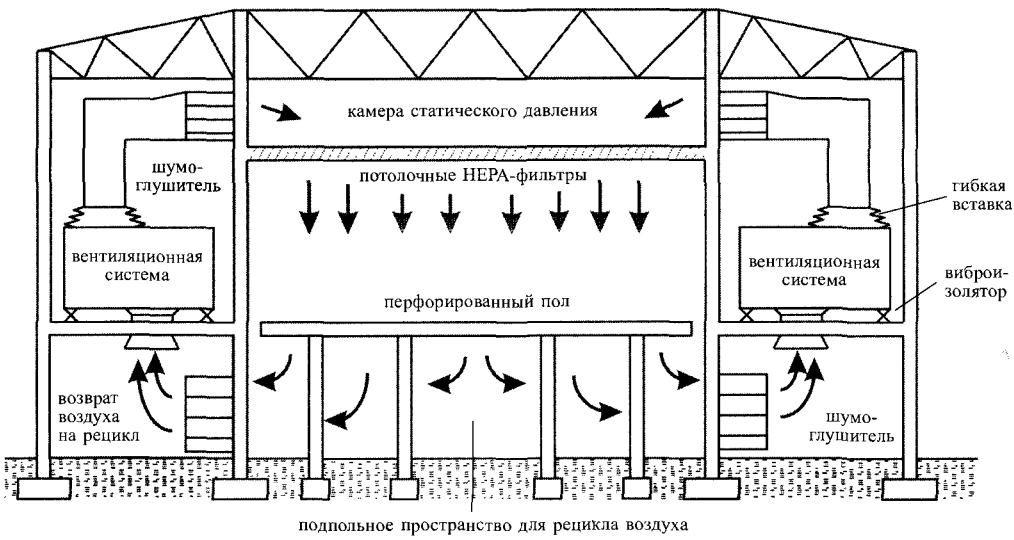


Рис. 3.1. Чистое помещение с вертикальным однонаправленным потоком воздуха, часто используемое в производстве полупроводниковых приборов

Однонаправленный воздушный поток движется от потолка, состоящего сплошь из высокоэффективных фильтров, вниз через пол чистого помещения. В некоторых проектах возврат воздуха осуществляется через камеры, расположенные под фальшполом, в то время как в других вариантах (см. рис. 3.1) имеются большие подпольные пространства для технического обслуживания. Тип чистого помещения, представленный на рис. 3.1, часто называют *ballroom* (буквально, «танцзал»), поскольку такое чистое помещение представляет собой единый большой объем. Подобное решение типично для помещений площадью более 1000 м^2. Оно дорого, но легко адаптируется к новым задачам.

В чистом помещении зального типа потолок из высокоэффективных фильтров снабжает чистым воздухом всю комнату безотносительно к реальным нуждам. Понятно, что воздух лучшего качества необходим там, где находится изделие, а в других местах будет приемлем и менее чистый воздух. На базе такой концепции были спроектированы более дешевые чистые помещения, в которых сервисные коридоры, соответствующие более низкому классу чистоты, чередуются в виде «гребенки» с чистыми туннелями более высокого класса, где и происходит работа с продукцией (см. рис. 3.2).

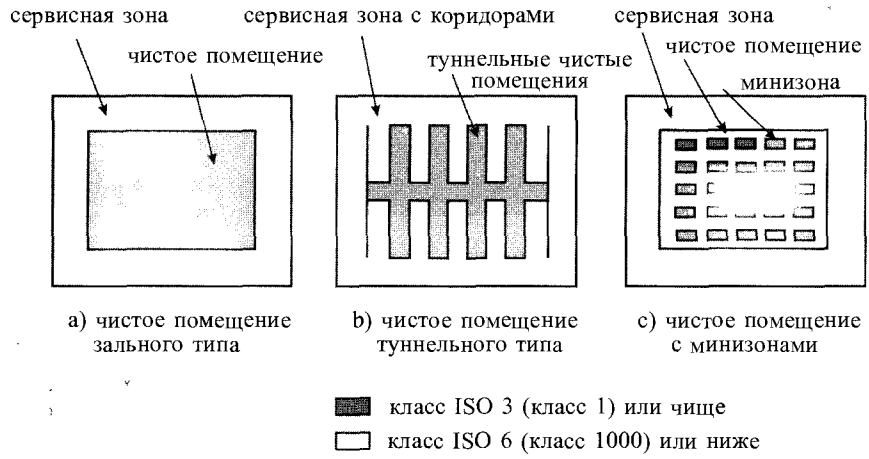


Рис. 3.2. Схематическое изображение чистых помещений трех типов

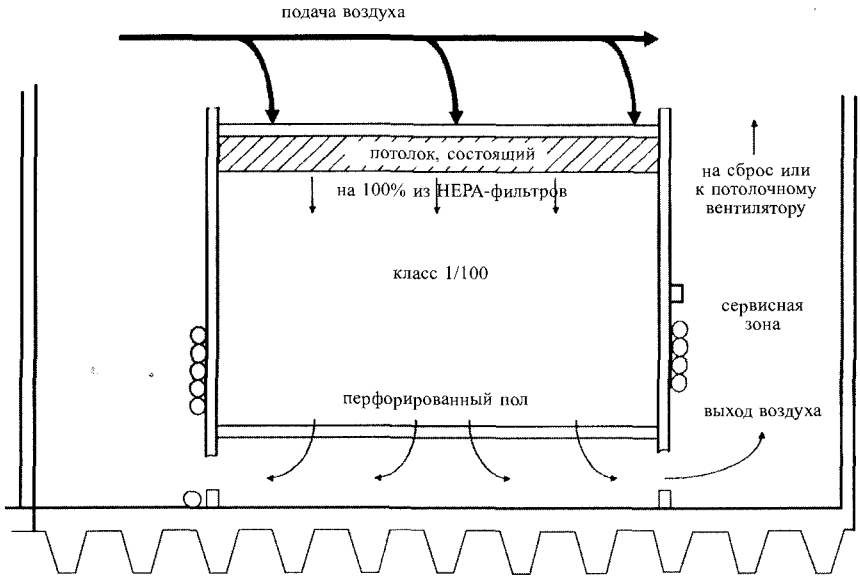
Оборудование встроено в перегородки так, чтобы подвод трубопроводов находился в сервисных коридорах. Обслуживающий персонал может получить доступ к технологическому оборудованию, не входя в чистое помещение, где проводится технологический процесс с участием полупроводниковых пластин. В чистых помещениях зального типа это также возможно, но требует установки дополнительных стеновых перегородок, обеспечивающих выделение чистых туннелей и сервисной зоны. Такие перегородки можно демонтировать и вновь собирать в разных конфигурациях по мере необходимости.

В сервисную зону обычно подается меньшее количество воздуха, и его чистота соответствует более низкому классу. Чистые туннели могут быть спроектированы так, чтобы обеспечить разные классы чистоты. Однонаправленный воздушный поток может идти от потолка или стены, поверхность которых целиком состоит из фильтров; в системах, не требующих самого высокого класса чистоты, фильтры могут не занимать 100% поверхности.

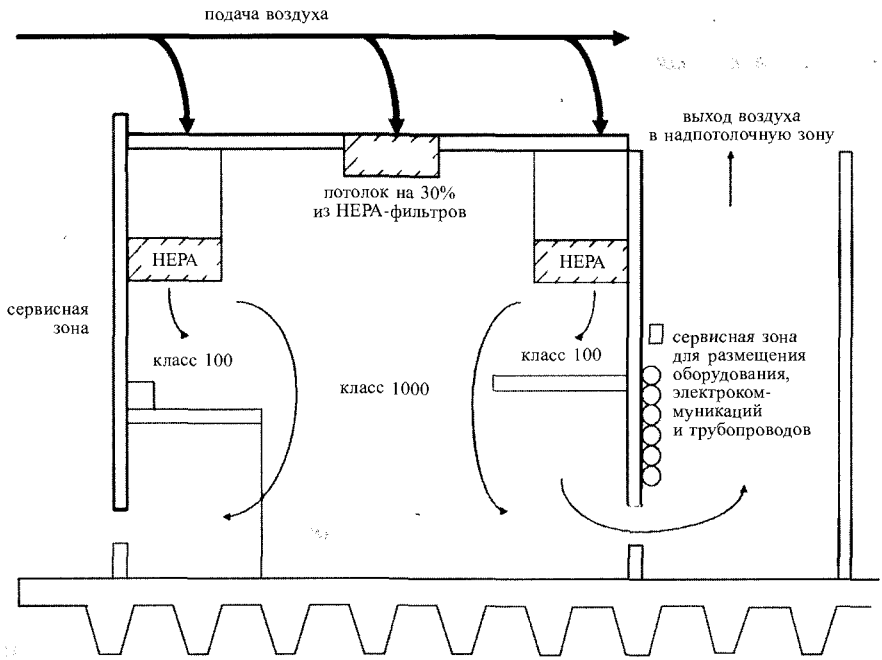
Использовались различные проекты этого типа. На рис. 3.3 (a) и (b) показаны два типа проектных решений. Они применялись в прошлом, но и сейчас могут быть использованы в лабораториях и на производствах, где выпускают изделия не самого современного уровня.

В зонах обслуживания, имеющих более низкие требования по чистоте (как в разгороженном помещении зального типа, так и в помещениях туннельного типа), количество подаваемого воздуха может быть снижено путем уменьшения числа потолочных фильтров (менее 100% поверхности). Данный способ схематически представлен на рис. 3.4.

В случае использования одного из этих решений при расчете процентного соотношения площади фильтров и площади потолка рекомендуется воспользоваться таблицей 3.4. Она приводится в «Практических рекомендациях IEST RP CC 012». Следует упомянуть, что приведенная там система классификации чистых помещений отличается от используемой в данной книге. Необходимо также учесть, что скорость 100 футов/мин приблизительно соответствует 0,5 м/с. Пожалуйста, обратите внимание на то, что величины, представленные в таблице, носят только рекомендательный характер. Некоторые эксперты считают неуместным применять их в областях промышленности, отличных от полупроводниковой.



(a)



(b)

Рис. 3.3. Два проектных решения чистых помещений туннельного типа

Таблица 3.4. Скорости воздушных потоков в чистых помещениях

Класс чистоты	Тип воздушного потока	Средняя скорость (фут/мин)	Кратность воздухообмена, $час^{-1}$
ISO 8 (100 000)	N/M	1 – 8	5 – 48
ISO 7 (10 000)	N/M	10 – 15	60 – 90
ISO 6 (1 000)	N/M	25 – 40	150 – 240
ISO 5 (100)	U/N/M	40 – 80	240 – 480
ISO 4 (10)	U	50 – 90	300 – 540
ISO 3 (1)	U	60 – 90	360 – 540
Выше, чем ISO 3	U	60 – 100	360 – 600

N = неоднонаправленный поток;
M = помещение со смешанным потоком;
U = однонаправленный поток.

$$\textit{Кратность воздухообмена в час} = \frac{\textit{Средняя скорость воздуха}^{*} \times \textit{Площадь помещения} \times \textit{60 мин/час}}{\textit{Объем помещения}}$$

* – *рассчитывается для всего объема воздуха, подаваемого с потолка*

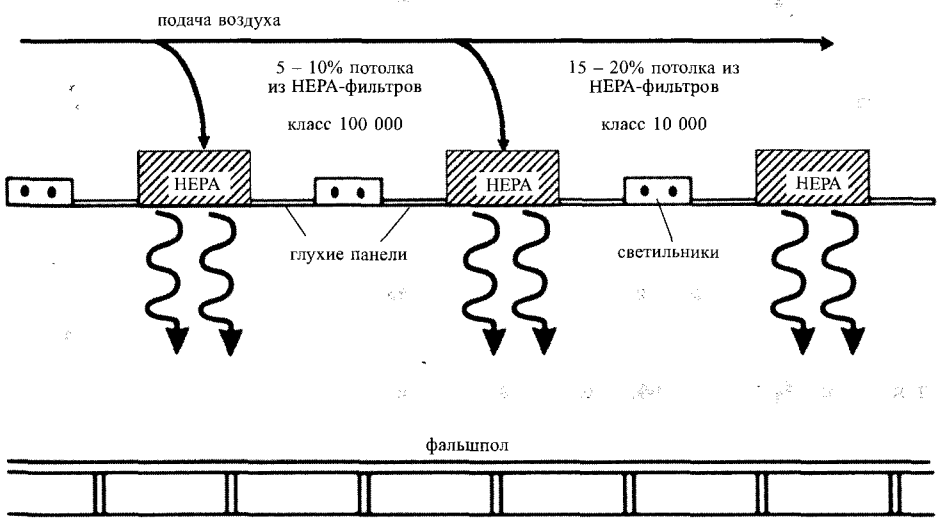
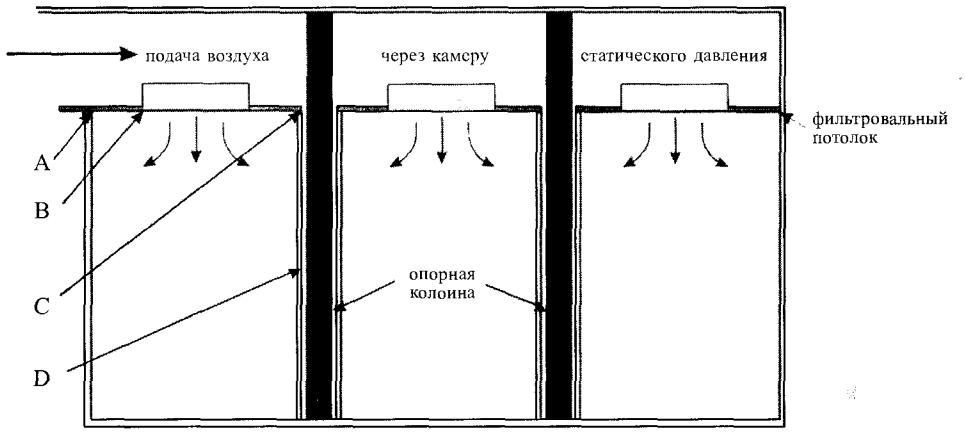


Рис. 3.4. Уменьшение площади потолка, занятой воздушными фильтрами

Если в проекте чистого помещения предусматривается использование камеры статического давления над фильтрами, то в ней нефильтрованный воздух должен находиться под более высоким давлением, чем воздух, находящийся в чистом помещении. При этом нефильтрованный воздух из камеры статического давления может проникать в чистое помещение через плохо герметизированные или вовсе негерметизированные соединения (рис. 3.5). Поэтому очевидна необходимость проверки всех уплотнений на герметичность.

Подобных проблем можно избежать, если в пространстве над потолком давление меньше, чем в чистом помещении. Этого можно достичь подачей воздуха по воздуховодам к каждому фильтру или использованием отдельных фильтровентиляционных модулей со встроенными вентиляторами[1]. Такие решения часто применяются в тех случаях, когда суммарная площадь фильтров меньше, чем 100% площади потолка.



A – стыки между потолком и стенами
B – стык между потолком и корпусом фильтра
C – граница раздела между потолком и панелями колонн
D – панели, закрывающие колонны

Рис. 3.5. Проблемы инфильтрации, связанные с приточной вентиляцией

Каждый хочет добиться снижения капитальных и эксплуатационных затрат, особенно если оно будет сопровождаться увеличением выхода годных изделий вследствие повышения уровня чистоты. В достижение этой цели очень большой вклад могут внести разработки, которые называют по-разному: изоляторы (isolators), барьерные технологии (barrier technologies) и минизоны (minienvironments). В полупроводниковом производстве обычно используют термин «минизона».

В минизонах для изоляции наиболее чувствительного к загрязнениям или критического производственного участка используется физический барьер (как правило, ограждения из стекла, пластиковой пленки или листов). Критическая зона находится внутри минизоны и обеспечивается бóльшим количеством воздуха высокого качества.

[1] В отечественной литературе применяется также термин «фильтровентиляционная установка» (ФВУ) *(Прим. ред.)*.

В остальном объеме помещения воздух может быть более низкого качества и подаваться в меньшем количестве. На рис. 3.6 (а) показана схема подачи воздуха традиционным путем. При такой конструкции требуется значительный расход воздуха, подаваемого в виде однонаправленного потока, чтобы обеспечить необходимые условия на тех участках чистого помещения, где операторы перемещают кремниевые пластины с установки на

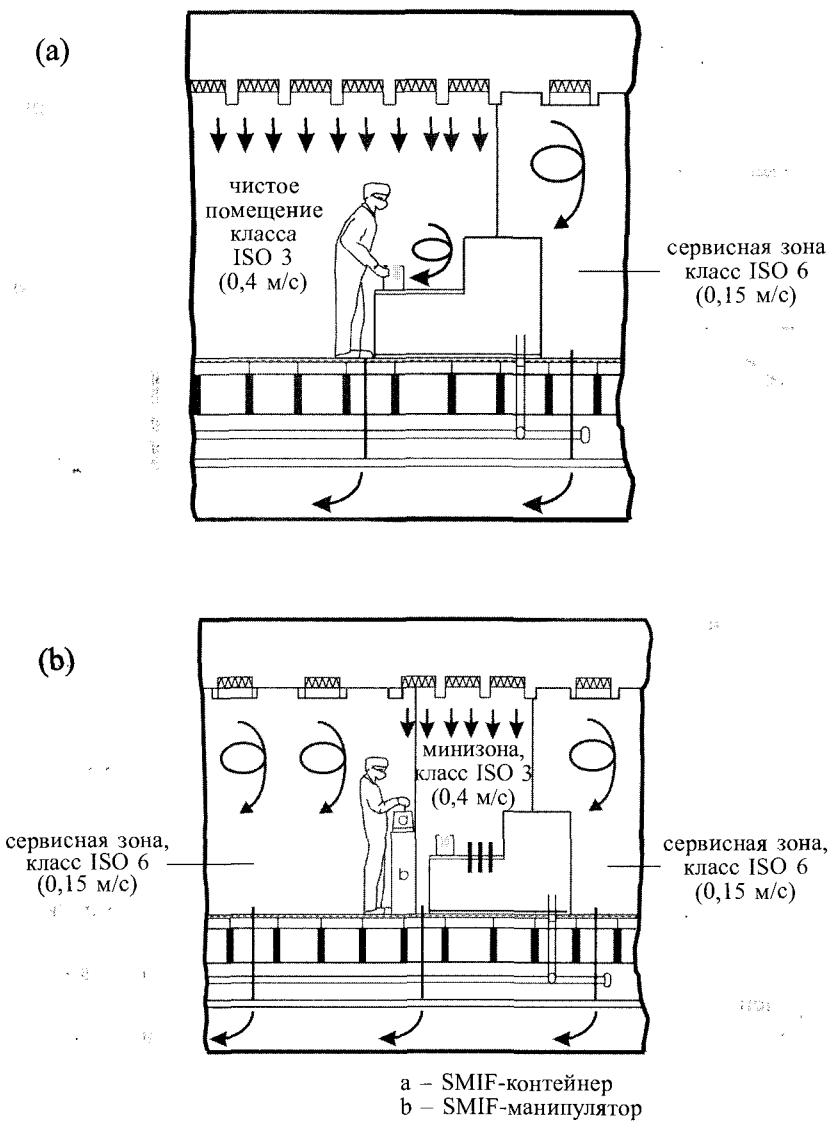


Рис. 3.6. Сравнение чистых помещений для полупроводникового производства
(а) Традиционная конструкция с однонаправленным потоком и сервисной зоной
(b) Использование минизон со SMIF-технологией

установку. Сервисные зоны, через которые обслуживается встроенное в перегородку оборудование, требуют меньшего количества воздуха.

Рис. 3.6 (b) представляет схему подачи воздуха в чистое помещение с минизонами. В этом случае внутри минизоны обеспечивается наиболее высокое качество технологической среды, в то время как на производственном участке и в сервисной зоне окружающая среда более низкого качества. При конструкции чистого помещения с использованием минизон общий расход подаваемого воздуха значительно меньше. Существенно и то, что этот тип чистых помещений более приемлем для автоматизации и использования роботов, если это целесообразно.

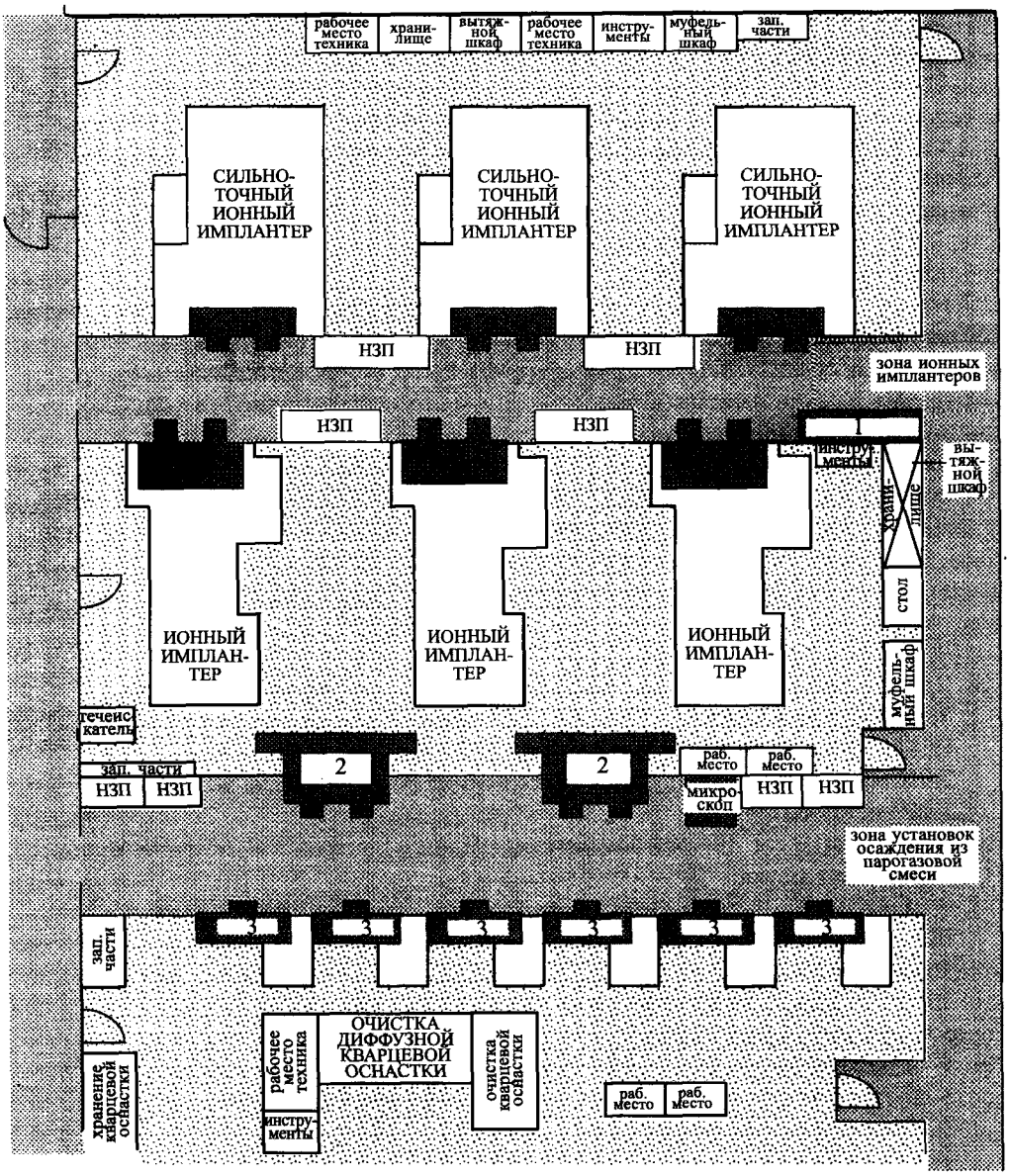
Кроме применения минизон для изоляции участка обработки кремниевых пластин, последние можно также транспортировать между обрабатывающими их установками в контейнерах специальной конструкции (SMIF Pods), которые исключают возможность загрязнения пластин наружным воздухом. Эти контейнеры загружают в установку через специальное механическое устройство сопряжения (интерфейс) стандартной конструкции (Standard Mechanical InterFace – SMIF). Пластины обрабатывают, а затем снова загружают в контейнер, который вынимается и переносится на другую установку.

На рис. 3.7 показан план производственного помещения, использующего минизоны. Оно может применяться для производства по технологии СБИС – КМОП или для более сложных процессов. Типичные требования к чистоте воздуха в этом случае следующие:

1. Среда, в которой находится пластина – класс ИСО 3 (класс 1) или чище.
2. Зона, в которой пластина размещается в кассетах и закрытых контейнерах – класс ИСО 6 (класс 1 000).
3. Зона обслуживания оборудования (сервисная зона) – классы ИСО 6 и 7 (классы 1 000 и 10 000).
4. Пространство вне чистого помещения, смежные помещения – обычное кондиционирование воздуха.

На рис. 3.7 зоны, где пластины соприкасаются с окружающей средой, отгорожены жесткими перегородками из пластика или стекла и в них организован однонаправленный поток воздуха, который обеспечивает условия, соответствующие классу ИСО 3 или более высокому уровню чистоты. Эти минизоны выделены наиболее темным цветом. Темно-серым тоном отмечены пространства, где производственный персонал переносит пластины в кассетах и контейнерах; здесь поддерживается класс ИСО 6 (класс 1 000). Светло-светлый тон показывает зоны, в которых работает персонал, обслуживающий оборудование; в них чистота воздуха может соответствовать классу ИСО 6 или 7 (класс 1 000 – 10 000).

Приведенный на рис. 3.7 пример планировки помещения рассчитан на использование SMIF-технологии (Workman and Kaven, 1987). Эта концепция, поддержанная Институтом полупроводниковых материалов и оборудования (Semiconductor Equipment and Materials Institute), обеспечивает стандартные порты входа и, таким образом, позволяет вводить и выводить пластины из технологического оборудования с помощью однотипных устройств. После завершения процесса персонал или робот может забрать герметичный SMIF-контейнер, содержащий кассету с пластиной, и переместить его от одной установки к другой для загрузки с помощью SMIF-манипулятора (см. рис. 3.6 (b)).



1 – Установка измерения доз имплантации на «термических волнах»
2 – Установка жидкостной обработки (очистки)
3 – Установка осаждения из парогазовой смеси

Рис. 3.7. Помещение для обработки пластин, использующее минизоны и SMIF-технологию

SMIF-оборудование разработано для оптимизации выхода годных изделий и позволяет достигать высокой производительности, но эта же самая концепция, проиллюстрированная рис. 3.6 (b), может быть использована и с другими системами. Минизоны

с другими методами загрузки пластин в технологические машины были разработаны давно, они используют хорошо спроектированные кассеты, контейнеры и порты, позволяющие передавать пластины в оборудование. Применение этих минизон также приводит к хорошим результатам.

Ситуация с аэрозолями и загрязнениями на поверхности пластин, обрабатываемых в минизонах, обычно лучше, чем в чистых помещениях зального или туннельного типа. Как было отмечено, минизоны позволяют увеличить выход годных пластин, кроме того, к росту прибыли ведет увеличение плотности размещения элементов и размера чипа.

Считается, что строительство чистых помещений с минизонами приводит к сокращению затрат менее чем на 10%. Однако, если учитывать стоимость всего строительства, то речь может идти о значительной сумме. Еще более важно снизить текущие затраты и уменьшить количество обрабатываемого воздуха; в этом случае применение минизон дает экономию около 50%.

Экономия будет зависеть и от условий, которые необходимо обеспечить в сервисной зоне и зоне передвижения оператора. Обычно для этого выбирают класс чистоты ИСО 6 (класс 1 000), однако было показано, что и использование класса ИСО 7 (класс 10 000) не оказывает влияния на количество загрязнений на пластине. Снижение класса чистоты приводит к более низким требованиям в этой зоне, например, к одежде, перчаткам, салфеткам, процедурам очистки и сертификации; все это дает существенную экономию средств.

Наряду с перечисленными выше преимуществами, минизоны позволяют экономить средства и при пуске чистого помещения. Вместо пуска всего комплекса чистых помещений, можно (по соглашению) осуществлять последовательный пуск отдельных чистых помещений по мере подключения технологического оборудования. Весьма вероятно, что при использовании минизон загрязнения изделий при установке оборудования будут меньше по сравнению с чистыми помещениями зального типа, в которых поэтапный пуск может быть более трудной задачей. Сокращение затрат при использовании такого метода пуска производства будет, по всей вероятности, существенным.

Факторы, влияющие на концепцию проекта чистого помещения для микроэлектроники, часто находятся в противоречии между собой и, в итоге, готовый проект всегда является компромиссом между стоимостью, осознанной необходимостью, удобством, личными предпочтениями, высочайшим уровнем технологии и возможностью финансирования. Поэтому в проектах никогда не бывает простых, типовых решений, а всегда возникает множество вариантов; проект – это попытка реализовать все требования, обусловленные процессом, в одном решении.

Воздушный поток – направление

В большинстве случаев для обеспечения максимальной защиты продукта от загрязнений воздушный поток должен быть направлен вертикально вниз и соответствовать уровню чистоты помещений класса ИСО 3 (класса 1) или более высокого уровня чистоты, если это диктуется требованиями, которые предъявляются к продукту. Безусловно, подобный вертикальный поток воздуха невозможно создать в реакторе, диффузионной печи или испарителе. В этих специальных случаях стараются применить добавочные фильтровентиляционные установки. Такие индивидуальные решения должны приниматься только после тщательной проверки и испытаний.

Некоторые специальные камеры (зоны) для технологического оборудования, в которых организован горизонтальный или под углом 45^0 поток воздуха, вполне успешно защищают изделия от частиц. Такое решение, если оно применимо, вполне допустимо и заслуживает внимания.

В чистых помещениях класса ИСО 3 (класс 1) или более высокого уровня чистоты должны использоваться ULPA-фильтры с эффективностью 99,9995% по частицам 0,1 мкм, проверенные при изготовлении, протестированные и аттестованные после установки. Для обеспечения максимальной гибкости при монтаже и упрощения проектирования (сокращения номенклатуры изделий), а также, учитывая небольшую разницу в цене между фильтрами с эффективностью 99,00% и 99,9995%, рекомендуется использовать фильтры одной – самой высокой – эффективности для финишной очистки по всему чистому помещению. Их можно устанавливать без какой-либо защиты (сетки или решетки) снизу, со стороны выхода воздуха. Регулирование количества проходящего воздуха производят с помощью внутренней или входной заслонки.

Поток воздуха, выходящий из чистого помещения через перфорированный фальшпол, регулируется встроенными заслонками. Финишное покрытие плит фальшпола должно быть выполнено из электропроводящего листового материала и ламинироваться (приклеиваться) на плиты при высоком давлении, а вся система пола должна быть заземлена (см. главу 9). Полы в чистом помещении класса ИСО 3 – 5 (классы 1 – 100) выполняются со 100% -ной перфорацией, а для чистых помещений класса ИСО 6 и 7 (1 000 и 10 000) требуется не более 50% перфорированной площади. Для установки тяжелого оборудования иногда могут потребоваться очень прочные плиты фальшпола (кроме того, в таких плитах гораздо легче прорезать отверстия для труб и т. п.).

Приемлемым альтернативным решением при проектировании воздушных потоков в чистых помещениях класса ИСО 6 и 7 (1 000 и 10 000) является использование классической турбулентной вентиляции с возвратом воздуха через отверстия в стенах и перегородках, расположенных близко к уровню пола. Создаст ли это трудности для прокладки воздуховодов рециркуляционного воздуха или нет, зависит от проектировщика. При такой схеме возникает вероятность некоторого отклонения потока от вертикали вблизи пола. Реконструкция такой турбулентной системы до уровня чистоты, соответствующего классу ИСО 3 – 5 (класс 1 – 100) или более высокого уровня чистоты потребует длительной остановки и комплексной ревизии потоков на всей площади чистого помещения; при использовании вертикального однонаправленного потока такая модернизация проводится легко и быстро.

Воздушный поток – количество

Для обеспечения чистоты воздуха, удовлетворяющей условиям классов ИСО 3 – 5 (1 – 100), скорость воздушного потока через соответствующую зону должна быть от 0,3 до 0,5 м/с. Важно очень внимательно отнестись к определению величины потока через критическую зону загрузки-выгрузки в оборудование. Известны случаи, когда уменьшение скорости воздушного потока приводило к существенному снижению концентрации загрязняющих частиц или к уменьшению влияния воздушного потока на оборудование (его охлаждение). При проектировании чистых помещений классов ИСО 6, 7 и 8 (1 000, 10 000 и 100 000) следует использовать величины средней скорости воздуха 0,25; 0,15

и 0,09 м/с. Первичное управление скоростью потока воздуха достигается выбором количества перфорированных плит фальшпола, которое должно быть эквивалентно количеству фильтров, установленных на потолке. После пуска чистого помещения тонкая регулировка воздушного потока через фильтры и пол осуществляется с помощью заслонок.

Летучие молекулярные загрязнения

Для полупроводниковой промышленности характерно влияние летучих молекулярных загрязнений[1] (ЛМЗ) на уровень выхода годной продукции. С уменьшением размеров элементов в кристалле уровень защиты от ЛМЗ увеличивается. Во время написания этой главы степень влияния различных видов ЛМЗ на отдельные технологические операции не была еще полностью исследована и, поэтому, требования к различным зонам чистого помещения не были до конца ясны. Другая проблема заключается в том, что аналитические методы измерения ЛМЗ имеют недостаточную точность или труднодоступны, что не дает возможности проектировщикам или пользователям понять проблему и принять адекватное решение.

Стандарт, определяющий и классифицирующий ЛМЗ, был разработан SEMI[2] и известен как SEMI Standard F21-95. Он делит ЛМЗ на четыре группы: A – кислоты, B – основания, C – конденсируемые соединения и D – легирующие примеси (допанты). Классификационное число начинается с буквы «M», далее ставится приведенное выше обозначение, соответствующее типу загрязнения, после которого указывается концентрация загрязнения, выраженная в частях на 1 триллион (10^{12}) частей основного вещества (ppt). Так, обозначение MA-100 соответствует предельной концентрации газообразных кислот в 100 ppt.

Основными ЛМЗ в чистых помещениях являются природные углеводороды, а также кислоты, основания и другие химические вещества, используемые в технологических процессах. Источниками ЛМЗ внутри чистого помещения могут быть:

- материалы, используемые в конструкциях чистого помещения;
- оборудование, находящееся в помещении;
- неконтролируемая эмиссия газов;
- персонал;
- наружный воздух;
- системы кондиционирования воздуха.

Архитектурные элементы и строительные конструкции чистых помещений могут вносить значительный вклад в ЛМЗ. Источниками загрязнений могут быть распространенные компоненты и материалы, такие как гели, уплотнители, герметики и обычные защитные покрытия, например, грунтовки и финишные покрытия. Некоторые пластиковые трубы и воздуховоды могут выделять газообразные вещества и, таким образом,

---

[1] В английском языке соответствует термин *airborne molecular contamination – AMC (Прим. ред.)*.

[2] SEMI (Semiconductor Equipment & Materials International) – международная промышленная ассоциация, представляет интересы более двух с половиной тысяч своих членов – фирм-производителей оборудования и материалов для микроэлектроники. Уникальность организации состоит в том, что, будучи интернациональной, она представляет не национальные интересы, а интересы самой промышленности *(Прим. ред.)*.

становятся источником ЛМЗ. Особого внимания требует покрытие пола. Площадь пола может быть большой и, в зависимости от материала покрытия, будет оказывать существенное влияние на концентрацию ЛМЗ. Поэтому для снижения уровня ЛМЗ от строительных конструкций целесообразно применять материалы с минимальной эмиссией газов. Вытяжные системы должны быть спроектированы таким образом, чтобы обеспечивать эффективное удаление загрязнений, источником которых являются механизмы и химические процессы, как в нормальном режиме работы, так и при возникновении случайных ситуаций (проливов растворов и т. п.).

Поскольку молекулярные загрязнения находятся в газовой фазе, они могут попадать в систему рециркуляции воздуха. Для снижения уровня загрязнений можно использовать воздушные фильтры, заполненные активированным углем или иным сорбентом. Эффективность активированных фильтров не очень высока, около 99%. Это значительно ниже, чем эффективность по аэрозольным частицам, но она вполне адекватна для существующих требований. Сейчас в этой области знаний накоплен определенный потенциал, который поможет в будущем разработать и более эффективные методы измерения и удаления ЛМЗ.

В момент написания данной главы контроль уровня ЛМЗ еще не стал обязательной нормой для новых производств в полупроводниковой промышленности. Однако даже там, где решено, что контроль летучих молекулярных загрязнений не является обязательным, было бы целесообразно предусмотреть возможность и место для установки средств контроля в будущем. Если при проектировании оборудования применяются минизоны, то средства контроля ЛМЗ можно встроить в систему воздухоподготовки этих зон. Это более экономично, чем проводить очистку всего вновь подаваемого в чистое помещение и рециркулируемого воздуха.

Система фильтровального подвесного потолка

Независимо от того, используется ли в чистом помещении система подачи воздуха с камерой избыточного давления или воздуховоды с фильтрами, объединение фильтров, глухих панелей и светильников в стабильную, без протечек, унифицированную систему зависит от герметичности всей конструкции. Из всех достижений в этой области наибольшее доверие заслуживает жидкостное или гелевое уплотнение, реализация которого возможна в нескольких вариантах. Надлежащим образом установленное и проверенное уплотнение такого типа не станет источником неприятностей. Элементы подвесного потолка заполняются гелем, в который входит острая кромка корпуса фильтра (см. рис. 8.18 в главе 8).

Система рециркуляции воздуха

На рис. 3.8 показана типовая система рециркуляции воздуха, проходящего через решетку фальшпола к высокоэффективным фильтрам. Ее характеризуют следующие требования:

1. Тип вентилятора – может использоваться осевой вентилятор с шумоглушителем на входе и выходе.
2. Конструкция фундаментов или опор для вентилятора должна быть независимой от конструкций производственной зоны, чтобы свести к минимуму передачу вибрации, особенно в области частот 0 – 200 Гц.

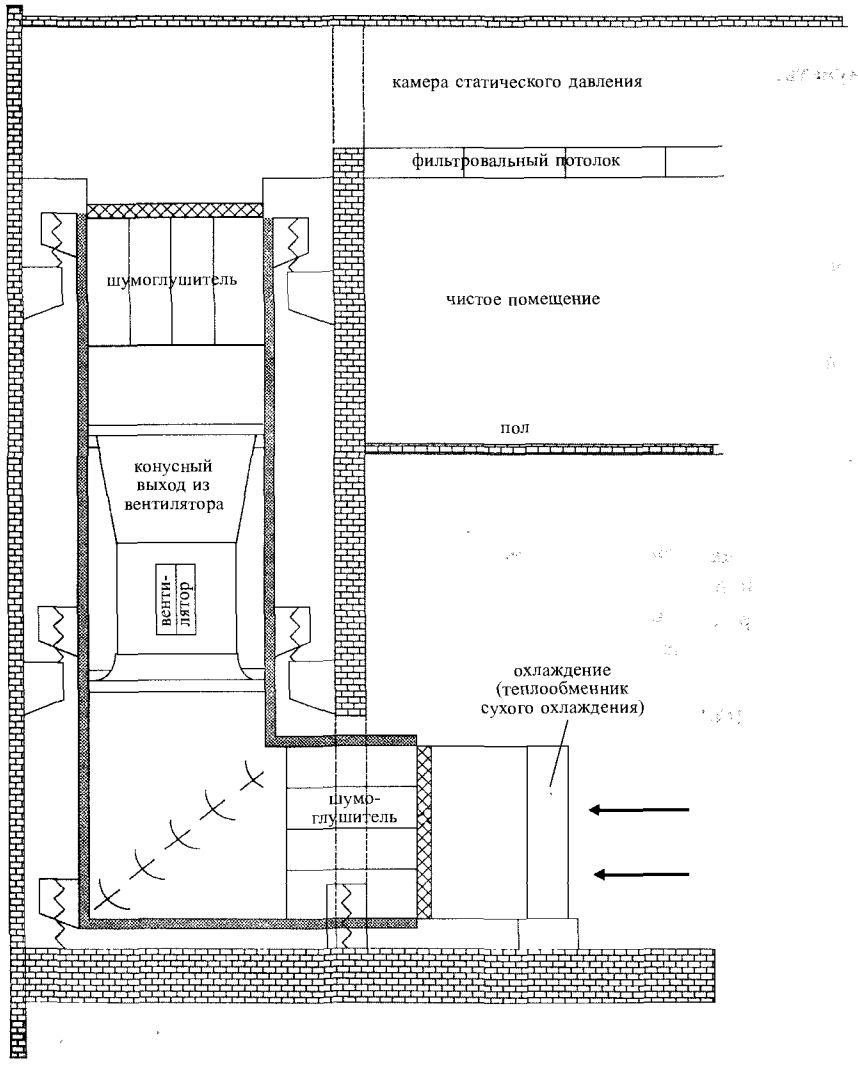


Рис. 3.8. Система рециркуляции воздуха

3. Шумоглушители должны устанавливаться на входе и выходе вентиляторной камеры так, чтобы на пути воздушного потока до и после вентиляторной камеры было по крайней мере по одному повороту на 90^0. Шумопоглотительные элементы представляют собой маты из стекловолокна высокой плотности, покрытые слоем полипропилеиового полотна и поверх него перфорированным листом нержавеющей стали (марки 304).
4. Теплообменники, воздуховоды, перфорированные полы, предфильтры вместе с фильтрами тонкой очистки не должны в совокупности создавать сопротивление движению воздуха более чем 500 Па (2,0 дюйма вод. ст.).

5. Двигатели и вентиляторы должны быть удалены от производственной зоны, чтобы электромагнитное излучение, возникающее при их работе, не создавало помех для чувствительных к ним производственных процессов и измерительных приборов. Допустимое расстояние зависит от квадрата мощности, выраженной в лошадиных силах.
6. В воздуховодах больших сечений требуется установка направляющих элементов на поворотах и, в зависимости от конструкции, специальных шумоглушителей. Если применяется камера статического давления, то на входе в камеру требуется установка воздухорассеивателя, чтобы предотвратить обратный ток воздуха через фильтры из-за высокой скорости воздушного потока над входной плоскостью фильтров. Высота камеры должна быть такой, чтобы создавалось равномерное распределение воздуха над фильтрами, а статическое давление в камере значительно превалировало над динамическим. Обычно для этого бывает достаточно поддерживать горизонтальную скорость воздуха над фильтрами не более 5 м/с. Например, для комнаты шириной 30 м при подаче воздуха с двух сторон минимальная высота камеры должна быть не менее 1,5 м. Скорость подаваемого с каждой стороны воздуха должна быть не более 5 м/с, снижаясь до 0,5 м/с в центре.
7. Охлаждающие теплообменники должны устанавливаться до вентиляторов. Управление ими предпочтительнее осуществлять с помощью электронных датчиков температуры, расположенных после вентиляторов. Система охлаждения может быть выполнена с теплообменниками, снимающими только избыточное тепло.

Система подготовки наружного воздуха

Наружный воздух для полупроводникового производства может поступать в систему кондиционирования непосредственно из окружающего пространства. Установка воздухоподготовки должна иметь достаточную производительность устройств очистки (фильтры, абсорберы, водяные скрубберы) и систему управления относительной влажностью, чтобы обеспечить контроль скрытой теплоты во всей производственной зоне. Система кондиционирования должна быть снабжена устройствами управления, которые обеспечивают обработку либо поступающего в систему наружного воздуха, либо всего потока воздуха. В любом случае результаты измерений относительной влажности воздуха в чистом помещении должны обрабатываться с помощью микропроцессора, который может контролировать увлажнение (обычно, включая электрические парогенераторы) или снижать температуру воздуха (путем переохлаждения или абсорбционной сушки), тем самым регулируя общую скрытую теплоту. Наружный воздух должен равномерно распределяться по всем рециркуляционным системам. Наиболее простой способ добиться этого достигается прокладкой распределяющего воздуховода по всей длине под полом так, чтобы свежий воздух равномерно направлялся к рециркуляционным вентиляторам, смешиваясь с рециркулируемым воздухом. Такое решение, конечно, возможно при наличии под полом достаточного пространства.

Наиболее точную регулировку температуры и относительной влажности воздуха обеспечивает система управления, в которой используется нагрев, а не охлаждение, так как рост параметра контролировать значительно легче и проще.

Для чистых зон класса ИСО 5 (100) или более высокого уровня чистоты в качестве финишного следует использовать HEPA-фильтр с эффективностью не хуже 99,995%.

Исследования показали, что если этого не сделать, то большинство частиц размером менее 0,5 мкм будут попадать в чистое помещение непосредственно из наружного воздуха.

Рециркуляция воздуха

Наиболее универсальной и легко управляемой является система рециркуляции, использующая выход воздуха из помещения через пол. Если под фальшполом существует достаточное пространство, то там идеально расположить системы распределения, подавая все необходимое для функционирования технологического оборудования снизу.

Рециркуляция воздуха через пол обладает следующими преимуществами:

1. На пути воздушного потока маловероятно появление преград. При организации рециркуляции воздуха через нижнюю часть стен мебель и технологическое оборудование всегда будут серьезным препятствием для потока воздуха.
2. Облегчается выделение и изоляция критических операций, но при этом не затрудняется доступ в зону их проведения.
3. Наиболее уязвимые операции, во время которых кремниевые пластины полностью открыты, лучше всего проводить за стеклянной или пластиковой перегородкой, где обеспечивается полная защита хорошо контролируемым однонаправленным вертикальным потоком воздуха, идущим от потолка вниз через пол.
4. Доступные в настоящее время простейшие системы автоматизации (SMIF) легко адаптируются для различного производственного оборудования и обеспечивают полную защиту пластин в условиях класса ИСО 3 (класс 1), когда пластины находятся вне зон обработки (реакторов, камер).
5. Для новейших, наиболее экономичных планировочных решений очень трудно использовать системы с возвратом воздуха через стены. Это требует либо применения двойных стен с организацией между ними воздушных каналов, разделяющих помещения класса ИСО 3 (класс 1) и ИСО 6 – 7 (класс 1 000 – 10 000), либо использования целых зон класса ИСО 6 – 7 в качестве пространства для потока рециркулируемого воздуха. Второй вариант не может быть привлекательным, т.к. создает неуправляемый поток в этой зоне. Похожие проблемы возникают и при подаче и возврате других технологических сред. Все системы, где заложены аналогичные идеи, в определенной мере неудобны, если подача и возврат газов, жидкостей и электроэнергии не имеют систем распределения под полом.
6. Воздух, идущий через пол, может проходить через пространство, созданное по двум разным вариантам:

   (а) Пространство под полом, образованное структурными перекрытиями, поддерживающими фальшпол.

   Несмотря на то, что такое решение является дорогим, считается, что оно все же не требует таких затрат, как для создания аналогичного по назначению пространства сбоку. В этом пространстве можно расположить многие системы распределения технологических сред и системы сбора отходов. Если выбрано такое решение, необходимо обеспечить достаточный зазор между структурными перекрытиями и полом основания – скажем, не менее 5,5 м. Подобное пространство позволяет разместить в нем все, что необходимо, например, перенести туда большинство операций по обслуживанию оборудования, а также все необходимые для этой зоны системы

распределения. Кроме того, в пространство под полом можно без ущерба для производственного процесса перенести большинство вспомогательных работ по подготовке к установке нового технологического оборудования или перемещению старого.

(б) Пространство, образованное между фальшполом и бетонным строительным основанием.

Это удовлетворительное решение, создающее довольно много возможностей для использования дополнительного пространства под полом. Оно должно иметь достаточную высоту, чтобы проходящий воздух не испытывал существенного сопротивления (не более, чем перепад давления на самом фальшполе), и при этом сохранялась возможность разместить под полом необходимое оборудование, например, фильтры, регуляторы, переходники, а также системы распределения технологических сред.

Фальшпол должен выдерживать нагрузку минимум в 16,8 кН/м^2 и иметь:

- сплошную систему стрингеров;
- четыре установочных винта в основании;
- устройство регулировки уровня (с помощью запорных гаек);
- ряд Z-образных укосов, закрепляющихся рядами;
- основание, закрепленное на полу либо эпоксидным клеем, либо на анкерах.

После установки опор фальшпола бетонный пол должен быть покрыт кислотостойким водонепроницаемым покрытием. Кроме того, должна быть установлена система датчиков для обнаружения и оповещения о случаях пролива различных жидкостей. Вся система фальшпола не должна приводить к усилению вибраций от бетонного строительного основания и строительных конструкций. В действительности, правильно установленный фальшпол должен существенно снижать вибрации, поскольку структура фальшпола, связанная с полом здания, превращается из вибрирующей мембраны в пространственную конструкцию.

Огнезащита

Из-за применения растворителей, газов и других огнеопасных веществ, которые часто используются при высоких температурах и давлениях, свойственных полупроводниковому производству, помещениям обычно присваивается самая высокая категория пожароопасности. Это требует установки максимально контролируемой системы спринклеров (с минимальными промежутками между ними) как над фильтрами, так и под ними, а также под фальшполом, если там расположены трубопроводы с огнеопасными жидкостями и газами. Альтернативная система – газовое пожаротушение с использованием двуокиси углерода или хладонов – слишком дорога для больших незакрытых зон, и обычно предназначается для расположенных под полом зон высокого риска.

Система контроля и сигнализации, включающая как инфракрасные, так и ультрафиолетовые датчики, должна охватывать всю производственную зону, а также пространство под полом. Система контроля должна быть выполнена таким образом, чтобы срабатывать при получении сигнала как от датчиков на пламя, так и от датчиков на дым, подавать сигнал тревоги и, кроме того, иметь время задержки срабатывания достаточное, чтобы удостовериться, что аварийный сигнал не является ложным. Пауза служит и для

эвакуации персонала из опасной зоны до того, как начнутся действия по ликвидации пожара. Естественно, необходимо учитывать, что любая остановка технологического процесса обходится очень дорого. Поток воды, заливающий технологическое оборудование, микропроцессоры и электронные датчики; тепловой удар от воздействия холодной двуокиси углерода, попадающей на нагревательные элементы; даже резкая остановка высокотемпературных аппаратов, подобных диффузионным печам, CVD-реакторам и т. п., могут привести к их серьезным повреждениям и ущербу.

Стены

Стены, используемые в полупроводниковом производстве, обычно подразделяют на два типа:

1. *Наружные стены.* Они могут быть выполнены чрезвычайно разнообразно – от обычных строительных элементов до использования сводчатых конструкций. Тип стен может зависеть от вида производимой продукции. В эту категорию включают и стены, используемые в целях безопасности и для обеспечения максимальной защиты от радиоизлучений (рис. 3.9). Они обеспечивают ослабление на 100 дБ попадающих на них сигналов, а также самопроизвольного радиоизлучения, возникающего при работе телефонных линий, от электрических проводов или проникающего через системы водопровода, вентиляции и радио. Необходимо предусмотреть также защиту оборудования, имеющего компьютерное управление, от электромагнитного излучения (рис. 3.10). В этом случае внутренняя поверхность стен должна быть отделана металлическими панелями с эмалевым покрытием. Все стыки металлических панелей должны быть герметизированы.

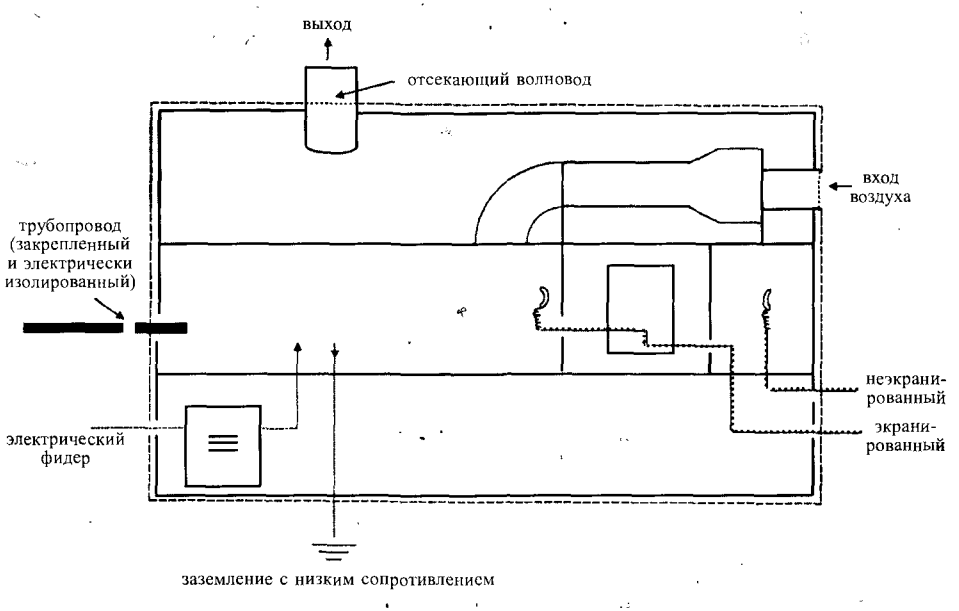


Рис. 3.9. Защита от радиоизлучений

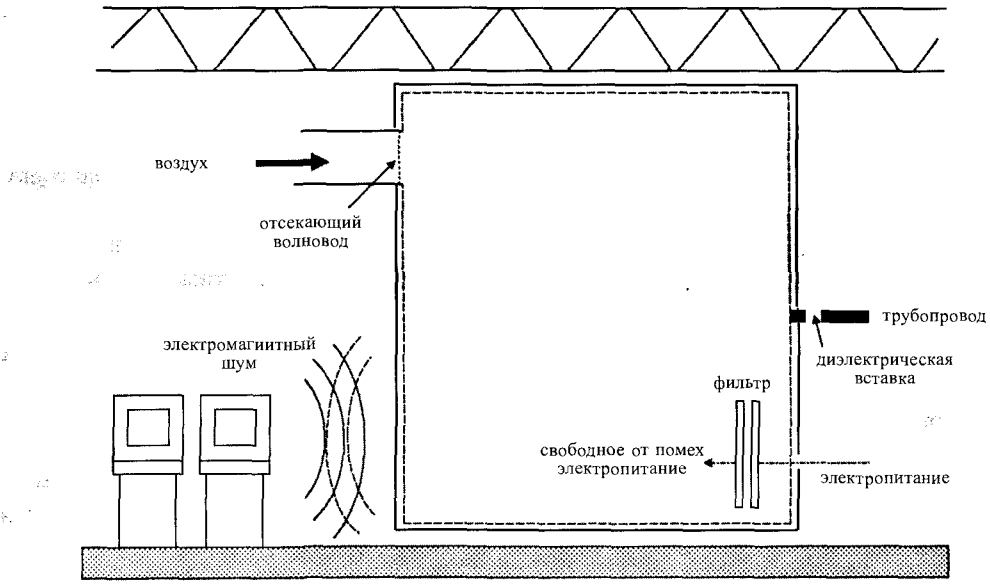


Рис. 3.10. Защита от электромагнитных излучений

2. *Внутренние стены.* В производственной зоне желательно, где это возможно, предусматривать стены-перегородки, представляющие собой алюминиевый анодированный каркас со вставленными в него стеклянными или поликарбонатными панелями, поверхность которых должна быть специально обработана для уменьшения истираемости. Если необходимо, в местах врезки оборудования стеклянные и поликарбонатные панели могут быть заменены на металлические. Такой тип конструкции стен позволяет просматривать все операционные и обслуживающие зоны и стимулировать выполнение требований чистоты, необходимых для производственного процесса.

Освещение

Лучшим вариантом для освещения производственной зоны является применение светильников с лампами дневного света, смонтированных на уровне лицевой стороны фильтра и являющихся его составной частью. Балластные элементы, пускатели и пр. должны быть смонтированы на удалении, вне чистого помещения. Чтобы устранить проблему выбора цвета освещения (желтый или белый), а также учитывая возможные перепланировки в будущем, предпочтительнее поставить везде светильники желтого света. Желательно получить подтверждение, что выбранные желтые светильники удовлетворяют требованиям полупроводникового производства.

Системы электроснабжения

Электроснабжение – это одна из систем, контролируемая, вероятно, в минимальной степени, хотя по своей значимости она является наиболее важной. Большая часть тех-

нологического оборудования имеет микропроцессорное управление. Прерывание работы процессора незащищенного компьютера на несколько тактов приводит к выходу из строя технологического оборудования и остановке выпуска продукции. Вопрос, как защититься от таких событий, является весьма трудным и важным, а его решение крайне дорогим. К счастью, большая часть оборудования со встроенными микропроцессорами снабжена устройствами бесперебойного питания (УБП), поддерживающими работу системы управления, как минимум, в течение нескольких минут. В большинстве случаев перебои в питании достаточно непродолжительны и не могут причинить серьезный ущерб даже продукту, находящемуся в процессе обработки.

Чаще всего для предупреждения перебоев в электроснабжении используют подключение к двум независимым источникам питания, иногда даже от разных электростанций. Эффективность такого решения проблематична, т.к. все электростанции в регионе объединены в единую систему электроснабжения (ЕЭС). Если возможность возникновения проблем с электроснабжением действительно велика, устанавливается разветвленная система УБП. Источником питания в этом случае является группа аккумуляторов, энергия от которых подводится к генераторам или непосредственно в энергосеть. Количество аккумуляторов выбирается таким, чтобы энергии хватило для плавной остановки производства.

Какие бы источники питания не использовались, существует законодательное требование по обязательному поддержанию электроснабжения в таких важных системах как скрубберы для удаления токсичных газов, датчики для контроля токсичных и опасных материалов, системы сигнализации и безопасности. Все перечисленные системы обычно имеют аварийный источник питания от дизель- или газогенераторов. Очень важно проводить частые плановые проверки работы этих систем, чтобы гарантировать их готовность к экстренному использованию.

Системы мониторинга и сигнализации

Системы мониторинга и сигнализации в полупроводниковом производстве имеют очень высокий приоритет, и при проектировании им уделяется огромное внимание. Проектировщик должен принять во внимание следующие факторы:

- чистоту и физическое состояние жидкостей, технологических газов и окружающего воздуха;
- безопасность персонала, завода и технологического оборудования;
- объем и качество выпускаемой продукции;
- отношения с населением, принимая во внимание возможные выбросы сильно пахнущих и токсичных веществ;
- требования государственных органов надзора по проведению контроля, измерений и записи параметров;
- состояние оборудования и технологических систем, а также предотвращение несанкционированного доступа к системам контроля и управления.

Очевидно, что одна система не сможет контролировать все эти факторы одновременно. Разработка такой системы была бы не менее, если не более сложным делом, чем разработка технологии производства самих изделий. Имейте в виду, что система не будет слишком сложной, если будут учтены следующие правила:

- разрабатывайте системы настолько простыми, насколько это возможно, закладывая в них реализацию одной функции (предпочтительно с микропроцессорным управлением);
- насколько это возможно, используйте для всех систем одинаковую архитектуру и компоненты (датчики, микропроцессоры, выходные сигналы и т. п.);
- используйте простые мультиплексоры для передачи информации от всех систем в центральный компьютер, который будет реализовывать функции сигнализации, отображения, архивирования данных, анализа тенденций, планирования предупредительного обслуживания, анализа среднего времени наработки на отказ, прогнозирования и т. д.;
- не принимайте решений и не анализируйте данные вне компьютерной системы. Никогда этого не делайте. Позволяйте распечатывать данные только тогда, когда их необходимо переслать или сделать что-либо подобное.

Ниже приводится перечень систем контроля, которые следует рассматривать как минимально необходимые:

1. *Система контроля содержания токсичных газов и жидкостей в воздухе чистого помещения.* Датчики системы должны иметь чувствительность, обеспечивающую регистрацию концентраций на порядок ниже, чем значение предельно допустимой концентрации (ПДК). ПДК – это концентрация, при которой возможна безопасная работа персонала в течение 8 часов. Датчики должны работать в режиме реального времени. Не следует применять приборы, использующие отложенный по времени анализ.
   Сигнал тревоги должен:
   - звучать громко, чтобы его безошибочно опознали как в производственной зоне, так и в помещении контроля безопасности (на центральном пульте);
   - обеспечивать визуальную сигнализацию (мигающий свет);
   - извещать службы секретности, безопасности, пожарной охраны;
   - записывать подробную информацию в базу данных обслуживающего компьютера;
   - автоматически отключать подачу токсичных газов и жидкостей;
   - исполнять другие функции автоматики, например, включать водяную спринклерную систему при утечке пирофорных газов.
2. *Система мониторинга параметров воздуха.* Мониторинг температуры и относительной влажности, а также наличия паров кислот и растворителей в воздухе чистого помещения требуется в относительно малом числе точек. Мониторинг концентрации частиц должен проводиться в воздушных потоках, контактирующих с продуктом, с высокой частотой и в точках, максимально приближенных к изделию. В среднем в производственной зоне для изготовления пластин должно быть установлено несколько сотен датчиков частиц, расположенных в наиболее критических зонах.
   При предварительном планировании необходимо решить:
   - какие данные и когда должны быть получены;
   - где, в каком виде и как долго они должны сохраняться, а также в каком виде и как часто их необходимо представлять.

Компьютер должен быть запрограммирован так, чтобы обеспечить отображение на дисплее значений текущих параметров, кратких сведений по прошлым данным, главным образом описание отказов (сбоев). В программе должно быть определено предельное время хранения информации перед автоматическим стиранием.

3. *Система анализа содержания примесей в газах по данным непрерывного мониторинга.* Проверяются все технологические газы на предприятии, включая осушенный воздух, сжиженный газ и баллонные газы. Все данные вводятся в компьютер и анализируются аналогично системе контроля воздуха, т. е. немедленно отмечаются отклонения от технических условий или сбои; выводятся текущие параметры; изменение данных за последнее время; информация, запрещенная для удаления.

4. *Система автоматического измерения концентрации вредных веществ в газообразных выбросах и жидких стоках*. Ее применение может быть предписано в законодательном порядке. Обычно такие данные собираются, анализируются, оформляются, хранятся и т. п. специализированными государственными органами. Эти данные также могут вводиться в компьютерную программу. Отличие от ранее описанных систем заключается в том, что срок сохранения данных в компьютере и на жестких носителях определяется правовыми нормами.

5. *Система контроля деионизованной воды*. Требования к деионизованной воде в последнее время стали значительно выше, чем это было несколько лет назад. Раньше стандарт определял достаточным для чистой воды иметь электрическое сопротивление 18 Мом. В настоящее время известно, что содержание ионов железа, кремния, гидрокарбонатов и хлора в концентрации одна часть на триллион убийственно для микросхем, а между тем такие концентрации практически не влияют на электрическое сопротивление воды. Наличие бактерий может оказать губительный эффект на качество эпитаксиального слоя, и даже их фрагменты могут повлиять на выход годной продукции.
   Эти и другие проблемы обсуждаются в главе 11.
   Ужесточение требований к параметрам деионизованной воды требует более строгого производственного контроля. К сожалению, некоторые параметры не могут оцениваться приборами, установленными непосредственно на линии (on-line) и в режиме реального времени, а должны определяться в лаборатории. Такая практика будет продолжаться до тех пор, пока не будет разработано соответствующее инженерное оборудование.

6. *Система пожарной сигнализации*. Рекомендации по ее проектированию изложены выше.

7. *Система безопасности*. Эта система зависит от типа продукции. Однако в любом случае необходимо, чтобы информация от основных систем мониторинга, управления и сигнализации собиралась в центре управления службы безопасности. Это делается для того, чтобы на основе имеющейся информации обеспечить адекватную реакцию на любую чрезвычайную ситуацию и связаться с соответствующими службами.

Остальные системы

Оставшиеся нерассмотренными системы, необходимые на полупроводниковом предприятии, заслуживают много большего внимания, чем то, которое уделено им в этой главе.

Однако две из них рассмотрены далее в этой книге более глубоко:

1. Производство и распределение деионизованной воды, глава 11.

2. Газы, хранение и распределение, глава 12.

3. Жидкие химикаты, хранение и распределение.
На автоматических или полуавтоматических предприятиях, выполненных по современным проектам, все жидкости подаются к точкам потребления по трубопроводам и также отводятся на восстановление или удаление из производства. Учитывая, что большинство этих жидкостей опасно для людей, и что они изготовлены с высочайшей степенью очистки, целесообразно систему их подготовки, транспортирования и утилизации выполнять замкнутой.

Существует много фирм, включая главных поставщиков химикатов, чья специализация – проектирование, монтаж и обслуживание таких систем. Эта область интенсивно развивается – изменяется номенклатура химикатов, меняется материал труб и т. п. – поэтому лучшим решением для проектирования таких систем является выбор специализированной компании.

4. Вытяжные системы.
Это обычная инженерная проектная проблема с необычными требованиями.

Считается, что системы удаления тепла и паров органических растворителей достаточно просты при условии, что системы, содержащие токсичные газы, выполнены отдельно, а уровень растворителей остается под контролем. Некоторые материалы, используемые в технологии, являются канцерогенами; содержащие их выбросы должны проходить через скрубберы и удаляться надлежащим образом.

Также считается, что сравнительно легко спроектировать вытяжную систему для кислотных паров, исключая, пожалуй, удаление NO_x, которые очень трудно извлекаются из газовых потоков, и HF, после улавливания которого, жидкость из скруббера должна быть собрана и удалена как токсичный жидкий материал. Особое внимание следует уделить предотвращению возможности смешения жидких отходов скруббера вытяжки токсичных газов с газовыми системами, содержащими кислоты, т. к. токсичные газы будут регенерироваться. С точки зрения безопасности никогда нельзя игнорировать присутствие арсина, диборана, фосфина, стибина и т. п. Каждая система удаления токсичных веществ всегда имеет свою собственную систему управления; поэтому они небольшие. Удаляемые продукты должны пройти через высокотемпературный окислитель или жидкостной окислительный реактор. Затем они поступают в высокоэффективный водяной скруббер и далее выбрасываются в атмосферу с помощью наружного центробежного вентилятора. Жидкие отходы от скрубберов и реакторов обеззараживаются как токсичные материалы.

Некоторые обнадеживающие результаты были получены недавно при пропускании токсичных материалов через реактор со слоем гранулированного абсорбента. На выходе из реактора регистрировались только двуокись углерода и водяные пары. Когда надежность этого метода будет достаточной для того, чтобы уверенно предсказывать содержание токсичных газов в выбросах, подобное оборудование будет с энтузиазмом принято пользователями.

5. Системы водяного охлаждения.
Для полупроводникового производства требуется огромное количество охлаждающей воды. По меньшей мере, применяется четыре ее типа:

- Охлажденная вода – нормальная, оборотная вода (без соединений хрома);
- Вода из напорной башни (29°С мах) – используется в больших количествах для охлаждения технологического оборудования;
- Охлажденная вода (14°С) для управления температурой в теплообменниках (сухих);
- Охлаждающая вода с высоким сопротивлением для технологического оборудования, в котором используется высокочастотный индукционный нагрев. Температуры и давления в таких системах сильно отличаются в зависимости от оборудования; размеры таких систем обычно небольшие.

Несколько соображений, которые могут оказаться полезными при проектировании систем водяного охлаждения:

1. Некоторые типы производственного оборудования могут не выдерживать охлаждения водой под высоким давлением. Чтобы давление в системе не превышало предельное значение, между точкой выхода воды из оборудования и линией возврата воды в систему следует установить регулирующие клапаны и насос с тщательно подобранными параметрами. При таком решении будет обеспечиваться перепад давления, необходимый для работы оборудования.
2. Вода (14°С) для охлаждения сухих теплообменников может использоваться с применением рециркуляции. Для этого потребуется постоянно добавлять охлажденную до 4°С воду в петлю, обслуживающую теплообменники, и выводить теплую воду в петлю холодильных машин. Подобная нагрузка невелика, что позволяет легко поддерживать требуемую температуру воды с точностью в 0,5°С. Применение для этих же целей теплообменника вода-вода может быть затруднено из-за больших размеров требуемого теплообменника.
3. В странах с холодным климатом с целью охлаждения часто можно использовать подземную или поверхностную воду. На одном из заводов в Германии удалось сократить капитальные вложения более чем на один миллион долларов и экономить более полумиллиона в год на электроэнергии, заменив все холодильные машины на системы с использованием артезианской воды (кроме систем осушки воздуха). Важно отметить, что риск загрязнения источника воды исключается установкой теплообменника между ним и системой охлаждения.
6. Материалы, используемые для трубопроводов в полупроводниковом производстве, обсуждаются в главе 13 этой книги.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В этой главе представлены самые последние разработки, используемые при проектировании чистых помещений и других систем, необходимых для успешного функционирования производства полупроводниковых микросхем на кремниевых пластинах. Были затронуты и другие составляющие проектирования, но за неимением достаточного места они не детализированы. Существует много различных концепций и много вариан-

тов решений. Единственно верный способ сделать правильный выбор – это глубокие размышления и здравый смысл.

Совершенно справедливо мнение, что существующие сейчас знания в области контроля микрозагрязнений позволяют обеспечить выполнение любых мыслимых требований при условии, что заданные величины могут быть измерены, т. е. для этого существуют приборы и методология.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Рисунок 3.6 публикуется с разрешения компании Asist Technologies.

ССЫЛКИ

Workman, W. and Kavan, L. (1987). VTC's submicron CMOS factory. Microcontamination, 5 (10), 23-26.

4

Проектирование чистых помещений для фармацевтической промышленности

Г. ДЖ. ФАРКВАРСОН И В. УАЙТ (G. J. FARQUHARSON AND W. WHYTE)

ВВЕДЕНИЕ

В этой главе рассматриваются вопросы проектирования, строительства и приемки фармацевтической чистой зоны. В главе 2 приведен список существующих стандартов и руководств, а в других главах читатель найдет информацию относительно ключевых элементов, составляющих фармацевтическую чистую зону. Поэтому ниже предлагается, опираясь на содержащуюся в этих разделах информацию, рассмотреть другие параметры и эксплуатационные требования, имеющие особое значение для создания и успешной эксплуатации фармацевтической чистой зоны.

В фармацевтической промышленности, в частности, в производстве стерильных препаратов, редко встречаются одиночные чистые комнаты. Чаще используются системы помещений, включающие комнаты различных классов чистоты, предназначенные для различных этапов производственного процесса. В качестве альтернативы или дополнения к чистым помещениям возможно использование изоляторов, особенно при асептическом производстве стерильных препаратов.

Важно понимать место фармацевтической чистой зоны в программе обеспечения качества в целом. Конструкция и функционирование фармацевтической производственной зоны являются важной частью надлежащей практики фармацевтического производства (Good Pharmaceutical Manufacturing Practice – GPMP); соответствующие требования устанавливаются государственными органами и содержатся в различных руководствах по GMP (см. главу 5). Для обеспечения качества продукции недостаточно просто создать чистые зоны, поскольку не менее важны и другие аспекты, связанные с организацией производства. Однако создание чистой зоны является неотъемлемой и сложной частью достижения соответствия требованиям GMP. Немаловажен и тот факт, что чистое помещение подразумевает значительные капиталовложения.

Проблемы, связанные с проектированием чистых зон для фармацевтического производства, в значительной степени объясняются разнообразием требований произ-

водителей фармацевтической продукции. Без понимания этих требований будет невозможно создать отвечающую нуждам заказчика чистую зону. Поэтому необходимо учитывать, что именно производится в чистых зонах и как это влияет на проект в смысле планировки помещений и качества технологической среды.

ТИПЫ ПРОЦЕССОВ В ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Существует много различных видов фармацевтических препаратов. Для изложения материала данной главы их можно подразделить на:

- инъекционные – вводимые в организм путем инъекции;
- для наружного применения – наносимые на покровные ткани организма;
- пероральные – принимаемые внутрь.

Как правило, требования к качеству технологической среды при производстве инъекционных препаратов гораздо выше, чем для пероральных и препаратов для наружного применения, поскольку человеческий организм намного более чувствителен к микробиологическому загрязнению, вносимому в кровоток, по сравнению с попадающим на кожу или в желудок. Исключением из этого общего правила являются глазные капли, поскольку глаз в целом более восприимчив к инфекции, чем кожа.

Инъекционные препараты

Применительно к планировке чистых зон и требованиям к окружающей среде стерильные инъекционные препараты можно подразделить на три класса:

- жидкие
- лиофилизированные
- порошки

Производство жидких препаратов Производство инъекционных препаратов в форме водных растворов (или эмульсий) бывает двух основных типов, а именно, асептическим или с применением финишной стерилизации. Устойчивые к тепловому воздействию препараты обычно подвергаются финишной стерилизации, поэтому риск бактериального заражения при применении таких препаратов низок. Однако если финишная стерилизация инъекционного препарата невозможна ввиду его нестабильности, как, например, в случае гормональных препаратов и вакцин, то препарат должен производиться асептически. Это означает, что из раствора путем фильтрации удаляют микроорганизмы, разливают его в стерильные контейнеры в чистой зоне, которая должна быть настолько свободна от микроорганизмов, насколько это возможно – но в разумных пределах. Таким образом, асептическое производство является наиболее сложным и ответственным процессом в фармацевтической промышленности. В критической зоне, где продукт контактирует с окружающей средой, требуются условия класса 100, что обычно достигается использованием однонаправленного воздушного потока или изолятора в помещении с турбулентной вентиляцией.

Лиофилизация Если фармацевтический препарат нестабилен в растворе, он может быть лиофилизирован. Препарат готовится в виде раствора, который подвергается стерили-

зующей фильтрации и разливается в стерильные контейнеры (как правило, флаконы или ампулы). Затем контейнеры помещаются в лиофильную сушку, где из раствора в процессе сублимации удаляется вода. Вынутые из сушки контейнеры укупориваются или запаиваются. Продукт не подвергается финишной стерилизации, но сухая масса не поддерживает рост микроорганизмов. Таким образом, по степени риска при применении лиофилизированные препараты находятся между асептически произведенными и прошедшими финишную стерилизацию препаратами. Однако, по мнению многих контролирующих органов, они относятся к асептически производимым препаратам и должны производиться в условиях, соответствующих стандартам для помещений асептического розлива при производстве жидких препаратов.

Расфасовка порошков При использовании этой технологии продукт поступает в виде порошка в фасовочное помещение, автоматически засыпается в контейнеры, после чего контейнеры закрываются. Очень часто таким образом фасуют антибиотики. Финишную стерилизацию при этом не проводят.

Порошок не поддерживает рост бактерий, а в случае антибиотиков этот риск еще более снижается. Однако контролирующие органы нередко рассматривают такие препараты как асептически производимые.

Производство препаратов, фасуемых в виде порошка, связано с двумя специфическими проблемами. Во-первых, для обеспечения сыпучести порошка в помещении должна поддерживаться низкая влажность воздуха, а, во-вторых, при фасовке образуются облака взвешенных в воздухе частиц, что приводит к проблемам, связанным с контаминацией персонала, особенно если препарат относится к сильнодействующим средствам. Поэтому необходимо уделять особое внимание системам пылеудаления в зоне фасовки, использованию закрытых боксов или изоляторов и специальным схемам управления воздушными потоками. Многие контролирующие органы считают, что для производства таких биологически активных порошковых препаратов необходимо отдельное здание или, по крайней мере, выделенный участок, эффективно изолированный от других производственных зон.

Препараты для наружного применения

Эти препараты наносятся на поверхность тела пациента. В большинстве случаев речь идет о кремах, мазях и маслах, наносимых на кожу. Кроме того, к препаратам для наружного применения относятся офтальмологические препараты в виде водных растворов или мазей. И, наконец, к этой категории удобно отнести имплантанты, вводимые под кожу.

Поскольку эти препараты наносятся на кожу, требования к их стерильности не столь высоки, как в случае инъекционных препаратов. Однако это лишь общее положение, так как глазные капли и некоторые кремы, мази и масла должны быть стерильными.

Для производства нестерильных препаратов не требуется высокий уровень чистоты технологической среды. Обычно достаточно помещений класса 100 000, но для производства офтальмологических и других стерильных препаратов, в зависимости от технологии, необходимы такие же условия, как для асептически производимых или финишно стерилизуемых инъекционных препаратов.

Производство имплантантов связано с особыми проблемами в плане контроля загрязнения. Так как они вводятся внутрь организма, необходимо обеспечить их стериль-

ность, а поскольку они обладают очень высокой биологической активностью, необходимо производить их в замкнутых объемах, чтобы предотвратить контакт работающих с этими продуктами при высоких концентрациях. Этого, в частности, можно достичь в ламинарных шкафах (боксах) класса II или класса III (см. главу 1), а также при использовании изоляторов.

Препараты для внутреннего применения

Эта категория включает препараты, принимаемые внутрь, а также пессарии и суппозитории. К таким препаратам относятся как жидкости во флаконах, так и таблетки и капсулы. Обычно пероральные препараты не стерилизуют, но, в зависимости от качества сырья, в водные растворы и кремы для предотвращения роста микроорганизмов часто добавляют консерванты. Подобные препараты в большинстве случаев производятся в замкнутых системах, в которые загружают сырье, получая на выходе готовую продукцию. При производстве этих препаратов, особенно таблеток и капсул, содержащих порошки, основная проблема заключается в перекрестном загрязнении (cross contamination) препаратов, а также во взаимном загрязнении препаратов и персонала.

Хотя такие препараты и представляют интерес в плане фармацевтического производства в целом, они не требуют тщательно контролируемых чистых помещений.

ПРОЕКТИРОВАНИЕ ПРОИЗВОДСТВА

Задачи проектирования

Задачи проектирования системы чистых помещений для фармацевтического предприятия сводятся к следующему:

- изоляция от среды, находящейся за пределами блока чистых помещений;
- удаление загрязнений, источником которых является сам процесс производства, или уменьшение их уровня;
- удаление загрязнений, источником которых является работающий в чистой зоне персонал, или уменьшение их уровня;
- локализация вредного воздействия со стороны продукции;
- предотвращение перекрестного загрязнения препаратов;
- защита персонала;
- контроль и управление движением материалов на всех этапах производства за счет планировки и конфигурации помещений;
- контроль и управление движением персонала путем оптимизации планировки и соединения между собой отдельных помещений;
- обеспечение общей безопасности производства за счет контроля перемещения материалов и персонала в производственную зону и из нее;
- создание оптимально комфортных условий для персонала;
- обеспечение особых параметров технологической среды, например, низкой относительной влажности при фасовке порошков;
- размещение технологических установок и оборудования, обеспечивающее их безопасную и легкую эксплуатацию, а также доступность для технического обслуживания;
- эффективный мониторинг параметров среды в помещении.

Важны все перечисленные аспекты, и проект системы чистых помещений должен обеспечивать их взаимодополняемость и эффективность. Последующие разделы главы посвящены более подробному рассмотрению этих задач.

Использование руководств и стандартов

Из материалов главы 2 очевидно, что не существует одного исчерпывающего стандарта или руководства, которое можно было бы применить к проектированию и эксплуатации фармацевтической чистой зоны. Проектировщик и заказчик имеют в распоряжении целый ряд документов, определяющих требования к чистым помещениям, например, федеральный стандарт США 209 и различные национальные руководства по GMP, а также руководства по проектированию изоляторов (см. главу 2). Необходимо, чтобы проектировщик совместно с заказчиком подготовил четкую техническую и функциональную спецификацию, которая описывала бы проектирование, валидацию, эксплуатацию производства, технологию и отвечала бы как специфике продукции, так и требованиям контрольных органов. Поэтому весьма желательно, чтобы представители контрольных органов были привлечены к этой работе уже на ранней стадии, что в дальнейшем существенно упростит получение разрешительных документов на эксплуатацию.

Авторы считают, что существующие стандарты по чистым помещениям в целом являются весьма эффективной основой для работы, при условии, что они не возводятся в абсолют. Проблема абсолютизации этих стандартов будет поясняться по мере рассмотрения различных функций чистых помещений и параметров технологической среды.

Методология проектирования

Поскольку в системе фармацевтических чистых помещений важна не только чистота технологической среды, необходимо проанализировать все требования и выработать комплексное решение.

Упрощенно поэтапный подход можно представить следующим образом:

- анализ всех стадий производства;
- подготовка блок-схем для всего процесса;
- определение операций, осуществляемых в каждом помещении;
- определение требований к качеству технологической среды;
- определение количественных параметров производства и технологии, а также потребности в площадях;
- подготовка диаграммы связей между помещениями;
- определение проблем, нуждающихся в согласовании;
- разработка планировочных решений и схем;
- подготовка проектов и спецификаций;
- переход к детальному проектированию и строительству.

В зависимости от размеров, масштаба и сложности производства степень детализировки этих этапов может быть различной. Важно четко определить обязанности участвующих сторон и убедиться, что они обладают необходимым опытом. Материалы, полученные в ходе проектирования, можно использовать в обсуждениях с контролирующими органами, а также для того, чтобы помочь проектировщику, не знакомому с конкретными проблемами определенного предприятия, правильно понять закладываемые в новое производство основные идеи, принципы и условия.

Планировка системы чистых помещений

Каждое из отдельных чистых помещений, входящих в состав блока помещений для фармацевтического производства, имеет четко определенное назначение. Это положение иллюстрируется рис. 4.1 и 4.2.

На рис. 4.1 представлен типичный блок чистых помещений, конфигурация которого отвечает требованиям к производству инъекционного препарата, подвергаемого финишной стерилизации. Производственный персонал входит в блок чистых помещений через чистую раздевалку. В этом помещении они снимают общезаводскую одежду, моют руки и надевают спецодежду для чистых помещений. Материалы и компоненты, такие как контейнеры, поступают через соответствующие передаточные шлюзы. В этих шлюзах они проходят обработку, призванную уменьшить загрязнение, которое может быть занесено в чистые помещения извне. Растворы готовятся в помещении приготовления растворов и затем, прямо или через другие помещения, по трубопроводам или в передвижных контейнерах подаются в помещение чистого розлива. Контейнеры и крышки проходят подготовку и моются в «помещении подготовки компонентов» и передаются

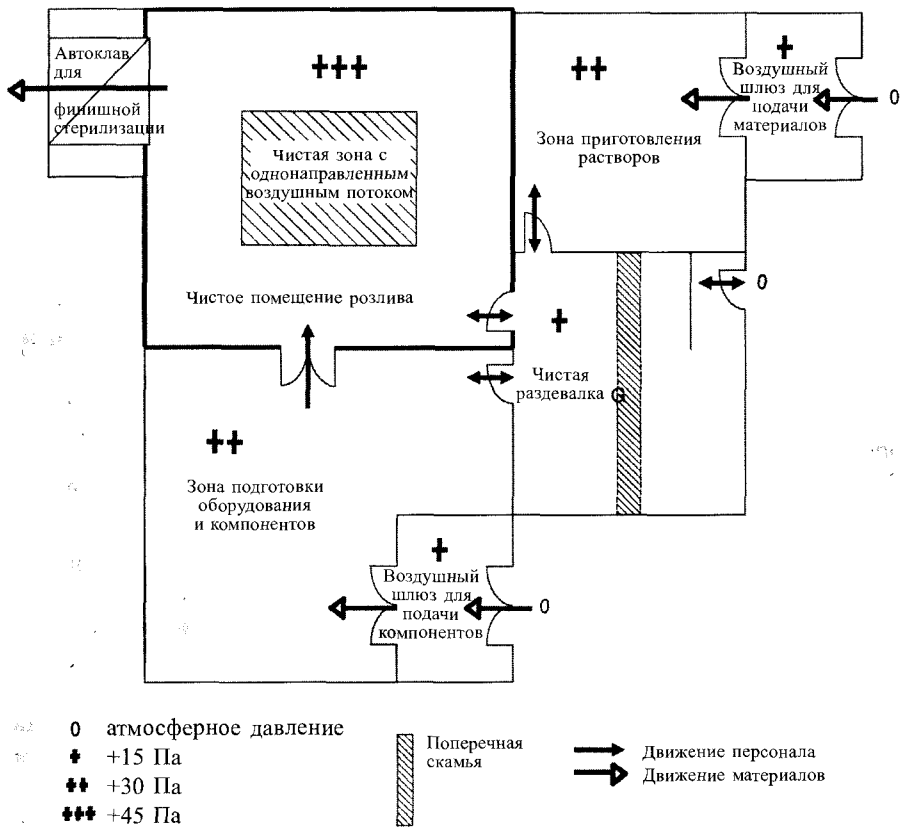


Рис. 4.1. Пример блока чистых помещений для инъекционных препаратов, подвергающихся финишной стерилизации

в помещение розлива вручную или при помощи конвейера. Контейнеры наполняются и закрываются в чистой зоне с однонаправленным воздушным потоком внутри помещения «чистого розлива». Наполненные и закрытые контейнеры покидают блок чистых помещений через автоклав для финишной стерилизации. По завершении работы персонал выходит из блока через раздевалку, где снимается спецодежда для чистых помещений.

На рис. 4.2 представлен типичный блок чистых помещений, конфигурация которого отвечает требованиям к производству с использованием асептического розлива. Различия в технологических требованиях находят отражение в следующих ключевых признаках: весь блок разделен на чистую зону и асептическую зону. Барьерами между этими зонами служат воздушный стерилизатор, автоклав и передаточные шлюзы для подающихся в асептическую зону материалов. Кроме того, помещения приготовления растворов и асептического розлива разделены. Поскольку требования к технологической среде и контроль в чистой и асептической зонах различаются, для асептической зоны предусмотрена особая, более строго контролируемая зона переодевания. Кроме того, вместо локальной вентиляции с однонаправленным воздушным потоком возможно использование изолятора.

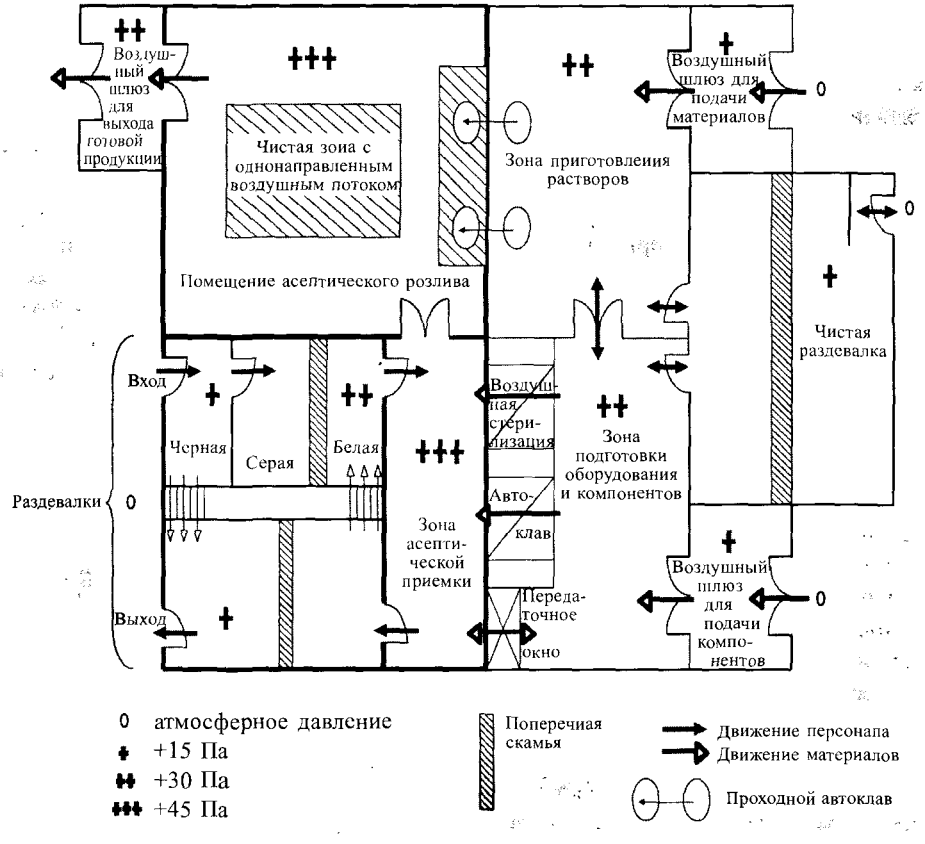


Рис. 4.2. Пример блока помещений для асептического розлива

ЧИСТОТА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СРЕДЫ

Обеспечение необходимого уровня чистоты воздуха внутри чистого помещения обычно является наиболее труднодостижимой задачей и зависит от:

- количества загрязнений, образующихся в помещении;
- качества подаваемого в помещение воздуха;
- объема подаваемого воздуха и метода его распределения, т. е. наличия обычной (турбулентной) вентиляции или однонаправленного воздушного потока, либо их сочетания;
- поступления загрязнений из смежных помещений. При использовании изоляторов необходимо учитывать большинство этих факторов, но обычно поступление загрязнений извне изолированного объема минимизировано.

Эти факторы рассматриваются ниже.

Генерация загрязнений

Источником загрязнений могут быть:

- персонал;
- технологическое оборудование;
- поверхности.

Для фармацевтических чистых помещений наиболее критичны микробиологические загрязнения, а источником большинства, если не всех, бактерий являются находящиеся в помещении люди. Поэтому полезно заранее знать, сколько человек будет работать в помещении, так как от этого непосредственно зависит количество воздуха, которое необходимо подать в помещение, чтобы разбавить и удалить выделяемые в воздух загрязнения, источником которых являются люди. Качество используемой в чистых помещениях спецодежды также непосредственно влияет на количество генерируемых персоналом загрязнений и, следовательно, на требуемую кратность воздухообмена. Более подробно это рассматривается в главе 1. Тип одежды также оказывает влияние на тепловой режим в помещении, поскольку, чем эффективнее одежда задерживает загрязнения, тем меньше воздухообмен через ткань. Следствием этого является перегрев персонала, для предотвращения которого может потребоваться снижение температуры в помещении.

Заметным источником аэрозольных загрязнений является технологическое оборудование. Первоочередной задачей проектировщика должно быть предотвращение распространения загрязнений путем их удаления непосредственно из точки образования, и лишь в крайнем случае вопрос решается путем удаления загрязнений уже после их распространения по чистому помещению. Такой подход повышает экономическую эффективность проекта.

Источником загрязнения могут быть и недостаточно износостойкие поверхности, истирающиеся в процессе уборки и эксплуатации. Отделочные материалы для чистых помещений рассматриваются в главе 9.

Поступление загрязнений через дефекты в системах HEPA-фильтров

Как в установках с однонаправленным воздушным потоком, так и в финишных устройствах приточной вентиляции используются одинаковые ячейки HEPA-фильтров. Как

правило, не требуется, чтобы эти фильтры задерживали частицы со столь же высокой эффективностью, как фильтры, которые используются на наиболее ответственных участках в микроэлектронной промышленности. Этому есть три причины. Во-первых, обычно бактерии присутствуют в воздухе не как отдельные одноклеточные организмы, а переносятся, например, на взвешенных в воздухе частицах кожи, имеющих размер около 10 – 15 мкм. Во-вторых, попадание мелких неживых частиц из воздуха в контейнеры в количествах, представляющих опасность для пациента, маловероятно из-за их низкой скорости оседания. И, наконец, нет данных, подтверждающих опасность сверхмелких частиц для пациента. Применения HEPA-фильтров, задерживающих частицы размером порядка 0,5 мкм с эффективностью около 99,97%, бывает более чем достаточно.

После изготовления HEPA-фильтры должны проходить испытания на заводе-изготовителе. Каким бы высоким ни было качество изготовленного фильтрующего элемента, его итоговая эффективность зависит от правильного обращения с ним и от качества монтажной арматуры. Необходимо предусмотреть эффективную систему уплотнения для корпусов фильтров. После установки фильтра в посадочное место вся система проверяется *in situ* (на месте), например, с использованием масляного тумана, получаемого распылением или конденсационным методом, или других разрешенных к применению специально генерируемых аэрозолей. Если фильтр имеет подтвержденную изготовителем высокую эффективность, а система крепления и уплотнения фильтра произведена пользующимся хорошей репутацией изготовителем, результат, скорее всего, будет положительным.

Протечка загрязненного воздуха в обход некачественного уплотнения – достаточно распространенное явление. Полезно провести проверку уплотнений в системе крепления корпусов финишных фильтров по немецкому стандарту DIN 1946, а также использовать жидкие герметики, которые гарантированно менее чувствительны к дефектам конструкции и обеспечивают эффективную герметизацию без применения систем, использующих сжатие уплотняющих прокладок. Более подробное обсуждение HEPA-фильтров и описание систем их уплотнения приводится в главе 8.

Еще одним важным моментом в правильной установке финишного фильтра является обеспечение эффективного сочленения системы крепления фильтров и потолочной панели чистого помещения. Достижение герметичности в месте их соединения предотвращает попадание в помещение грязного воздуха извне, а также частиц строительных материалов, которые в противном случае могут попадать в пространство между элементами системы крепления фильтра и поверхностью стен или потолка здания.

Удаление загрязнений из помещения с помощью вентиляции методами вытеснения или разбавления

Для удаления нежелательных загрязнений из всего объема помещения используются вентиляционные системы с однонаправленным воздушным потоком, системы турбулентной вентиляции или их сочетание. Как говорилось выше, в фармацевтических чистых помещениях обычно применяется комбинированный вариант, когда общая вентиляция помещения осуществляется при помощи обычной турбулентной системы, а зона, где возможен прямой контакт продукта с загрязнением (например, находятся открытые контейнеры), защищается установками с однонаправленным потоком воздуха. Типичная чистая комната показана на рис. 4.3.



Рис. 4.3. Чистая зона с вертикальным воздушным потоком над зоной разгрузки автоклава и разливочной машиной. В помещении в целом предусмотрена традиционная вентиляция с турбулентным движением воздуха и нижним расположением решеток вытяжной вентиляции. В рабочем состоянии завеса опущена

Такое смешанное решение подсказано следующими соображениями:

- Экономичностью, т. к. при этом снижается расход воздуха.
- Сложной структурой блоков фармацевтических чистых помещений, что затрудняет рециркуляцию больших объемов воздуха, которая требуется в системах вентиляции, использующих только однонаправленный воздушный поток. Это особенно сложно в тех случаях, когда невозможно использовать перфорированные полы из-за вероятности падения на пол стекла или проливания жидкости.
- Требованиями поддержания определенных перепадов давления между помещениями. Помещения с однонаправленным воздушным потоком обычно имеют отдельные установки вентиляции и кондиционирования воздуха. Это может затруднять достижение необходимого баланса перепадов давления между помещениями.
- Требованиями разделения помещений. Заказчики часто требуют наглядного отделения критических технологических операций от остальной части помещения. Это легко достигается использованием местных ламинарных систем.

Если известно количество загрязнений, попадающих в воздух чистого помещения, то в случае использования турбулентной вентиляции можно оценить необходимый объем подаваемого воздуха и за счет этого добиться требуемого уровня чистоты. Однако

информацию о загрязнениях, источником которых является персонал и, особенно, оборудование, получить трудно. Поэтому, как правило, приходится использовать значения кратности воздухообмена, приводимые в стандартах или руководствах по GMP, либо исходить из имеющегося опыта.

Следует также отметить, что воздушные потоки и, следовательно, чистота воздуха в турбулентно вентилируемом помещении зависит от типа воздухораспределительных устройств, т. е. решеток или диффузоров. Существует множество видов воздухораспределительных устройств, но по принципу работы их можно разделить на два типа, а именно:

- решетчатые или перфорированные воздухораспределители, направляющие воздушный поток вертикально вниз;
- лопастные или вихревые воздухораспределители различных типов, обеспечивающие хорошее перемешивание воздуха в помещении.

Воздушные потоки, создаваемые устройствами этих двух типов, показаны на рис. 4.4 и 4.5. Под решетчатыми или перфорированными воздухораспределителями формируется поток воздуха. В этот поток по периметру втягиваются загрязнения, но в целом качество воздуха под воздухораспределителем бывает хорошим. Лопастные воздухораспределители увлекают находящийся в помещении воздух и перемешивают его

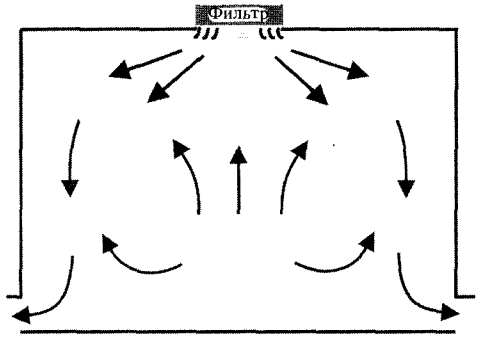


Рис. 4.4. Воздушные потоки, создаваемые потолочным воздухораспределителем

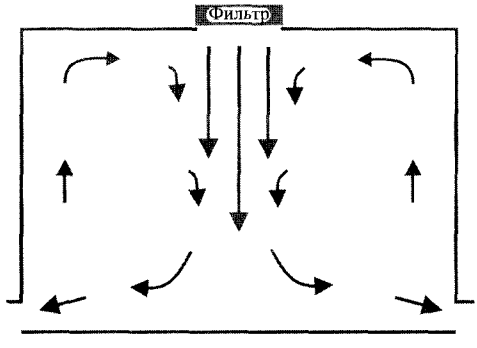


Рис. 4.5. Воздушные потоки при струйной подаче воздуха

с подаваемым воздухом, поэтому качество воздуха во всем объеме помещения бывает приблизительно одинаковым. Поэтому может показаться, что в чистом помещении лучше использовать устройства, направляющие поток воздуха вниз, и непосредственно под ними размещать критические технологические операции. Однако за пределами такой зоны качество воздуха бывает ниже, а случаи, когда критические операции переносятся с предусмотренного проектом места, нередки. Поэтому авторы полагают, что воздухораспределители, обеспечивающие наилучшее перемешивание и, следовательно, одинаковую чистоту воздуха во всем объеме помещения, должны использоваться в сочетании с устройствами однонаправленной подачи воздуха, локально обеспечивающими лучшие условия.

Для расчета объема подаваемого воздуха необходимо знать:

- минимальную кратность воздухообмена, предписываемую действующими стандартами по чистым помещениям для удаления внутренних загрязнений;
- тепловыделение внутри помещения;
- объем воздуха, необходимый для обеспечения требуемого перепада давления в системе чистых помещений.

Опыт показывает, что технологическое оборудование на современном производстве инъекционных препаратов выделяет такое количество тепла, что для его охлаждения кратность воздухообмена должна составлять 25–35 объемов в час. Это существенно больше минимальных значений, приводимых в стандартах для чистых помещений и намного больше, чем необходимо для обеспечения требуемого перепада давления.

Проект помещений должен обеспечивать возможность эффективного мониторинга как самого процесса производства, так и параметров технологической среды. Для достижения целей, определяемых руководствами по GMP, важно исключить колебания параметров среды, которые могли бы привести к неудовлетворительным условиям и, вследствие этого, к загрязнению продукта. Поэтому важно, чтобы заказчик имел возможность осуществлять мониторинг параметров технологической среды в помещении. Значения этих параметров должны определяться при валидации помещений, а затем постоянно поддерживаться в ходе производства.

По возможности следует отдавать предпочтение техническим решениям, предусматривающим более сложную систему мониторинга, так как расширенный набор датчиков облегчает выявление неполадок. Например, ценную информацию о работе системы чистых помещений дают измерения скорости воздушных потоков и датчики давления. Неполадки в работе таких элементов как вентиляторы, фильтры, управляющие механизмы и т. п. приводят к изменению давления.

Обеспечение устройствами однонаправленной подачи воздуха обычно является обязанностью специализированного поставщика. Тем не менее, при определении параметров установок однонаправленной подачи воздуха или ламинарных шкафов необходимо либо составить спецификацию, либо воспользоваться принятыми стандартами для устройств подачи чистого воздуха (см. главу 2). Наиболее часто возникающие при использовании устройств однонаправленной подачи чистого воздуха проблемы заключаются в негерметичности уплотнения фильтра, течах в корпусе шкафа (бокса), нарушении баланса воздушных потоков (в устройствах класса II) и ошибки при попытках встроить в используемое устройство средства для удобной проверки целостности фильтрационных систем или для мониторинга их работы.

Изоляторы и барьерные устройства

В последние годы в фармацевтической промышленности успешно применяются изоляторы и барьерные технологии. Впервые изоляторы стали использоваться в ядерной промышленности для защиты операторов при работе с радиоактивными изотопами и для их хранения. Их также применяли в ветеринарных исследованиях для защиты животных от заражения. В фармацевтическом производстве изоляторы изначально были призваны обеспечить чистые условия в микробиологических лабораториях, осуществляющих проверку готовой продукции на стерильность. Эти условия должны быть, по меньшей мере, не хуже (предпочтительнее – лучше), чем в производственной зоне, чтобы не происходило отбраковки партий изделий из-за «ложноположительных» результатов, т. е. из-за микробиологического загрязнения образцов в лаборатории. Сейчас изоляторы используют на различных участках фармацевтического производства. Они могут служить для предотвращения загрязнения продукта, либо для защиты персонала от воздействия сильнодействующих веществ, либо, как, например, при производстве цитотоксичных парентеральных препаратов, сочетать эти функции. Расширение сферы применения привело к эволюции первоначально относительно простых изоляторов. Современные технологии с использованием изоляторов часто называют барьерными.

Использование барьерных технологий обусловлено в первую очередь ужесточением требований к защите как продукта, так и персонала, но они могут приносить и экономическую выгоду за счет снижения расходов на создание и обслуживание производственных помещений. Стоимость помещений и технологического оборудования для асептического розлива при использовании изоляторов обычно составляет от 70 до 90% от стоимости традиционных решений с размещением оборудования непосредственно в чистом помещении. Еще больше сокращаются эксплуатационные расходы, где иногда возможна экономия до 40–50%. В подобных случаях экономия достигается за счет:

- уменьшения объема воздуха, необходимого для поддержания чистоты или асептичности;
- уменьшения числа перегородок между помещениями;
- менее жестких требований к качеству одежды и к периодичности ее стирки и стерилизации;
- уменьшения объема работ по мониторингу аэрозольного и микробиологического загрязнения;
- уменьшения площади поверхностей, требующих очистки и дезинфекции;
- бóльшей гибкости в использовании персонала;
- увеличения коэффициента использования оборудования.

Традиционный асептический розлив обычно осуществляется в зоне однонаправленного воздушного потока внутри турбулентно вентилируемого помещения. При такой организации работы персонал, как правило, входит в зону с однонаправленным воздушным потоком, поэтому во избежание микробиологического загрязнения продукта одежда для чистых помещений должна быть очень высокого качества. Кроме того, необходимо обеспечить высокую степень микробиологической чистоты воздуха, который может заноситься в зону однонаправленного воздушного потока из окружающих ее помещений. Изолятор же исключает попадание бактерий как с персонала, так и из окружающего помещения, поэтому возможно снижение требований в спецодежде и к качеству воздуха в окружающих помещениях. Поскольку изоляторы обеспечивают эффективную

защиту от бактерий, можно ослабить требования не только к классу чистоты в прилегающей к изолятору зоне, но и к управлению воздушными потоками для минимизации воздухообмена между производственным помещением и окружающими его зонами. Такое ослабление требований к организации воздушных потоков может в свою очередь привести к упрощению планировки блока чистых помещений и систем его вентиляции.

В некоторых случаях использование изоляторов позволяет сократить сроки строительства новых производств. Однако экономия времени более ощутима при реконструкции, когда установка изолятора позволяет избежать реконструкции всех производственных площадей.

Типичные конструкции изоляторов и их применение Для приготовления растворов, розлива и контроля качества стерильных препаратов возможно использование гибких или жестких изоляторов, которые могут быть объединены в единую систему или устанавливаться как отдельные модули. По мере создания конкретных технологий с использованием изоляторов растет разнообразие их размеров и конструкций. Многие из более сложных систем следует рассматривать не как стандартное оборудование, а как отдельный инжиниринговый проект по разработке технологии. Только такой подход обеспечивает учет конкретных требований, их воплощение в документации и готовом изделии, надлежащий монтаж, испытания и ввод системы в эксплуатацию. Принципиальное влияние на конструкцию изоляторов оказывают ответы на следующие вопросы:

- Что требует защиты – продукт, персонал или и продукт, и персонал? От этого зависит характер перепада давления – положительный или отрицательный – между изолятором и помещением, в котором он установлен.
- Какая передаточная система будет использоваться для загрузки материалов в изолятор и выгрузки из него?
- Как будут осуществляться операции внутри изолятора?
- Жестким или гибким должен быть материал стенок?

Максимальную защиту продукта или ведущегося в изоляторе процесса обеспечивают изоляторы с избыточным давлением. Обычно давление в изоляторе бывает на 20–70 Па выше, чем в окружающем помещении. Особое внимание следует уделять поддержанию избыточного давления при использовании перчаток или полускафандров, поскольку именно они часто бывают причиной негерметичности. Если продукт представляет опасность для работающих, давление в изоляторе делают отрицательным. Если изолятор должен защищать как продукт, так и персонал, то вопрос о балансе давления решается отдельно. Если требуется поддерживать асептические условия, обычно используют изоляторы с избыточным давлением, уделяя особое внимание выбору передаточной системы.

Возможность поддержания заданного класса чистоты и защиты работающих от воздействия токсичных материалов во многом зависит от типа передаточного устройства для загрузки-выгрузки материалов и изделий. Диапазон таких устройств очень широк – от наименее эффективных «мышиных нор» и туннелей, поток воздуха в которых должен быть направлен наружу, до высокоэффективных стыковочных шлюзов.

В большинстве случаев проводимые в изоляторах процессы связаны с ручными операциями. Если не используются роботы или манипуляторы с дистанционным управлением, эта возможность обеспечивается применением нарукавных перчаток или полу-

скафандров. Принципиальные различия эргономических характеристик перчаток и полускафандров определяют различия в конструкции изоляторов.

Очевидно, что долговечность, конфигурация и технология изготовления систем с жесткими и гибкими стенками в корне различны. В целом изоляторы из гибкой пленки легче конфигурировать, однако они хуже приспособлены для монтажа сложных систем воздухоподготовки и воздуховодов.

Чтобы более наглядно проиллюстрировать способы достижения вышеупомянутых целей, ниже рассмотрены конструкции изоляторов различного функционального назначения.

Анализ на стерильность. Барьерные технологии уже много лет применяются в микробиологических лабораториях для обеспечения чистых условий проведения анализа готовой продукции на стерильность. Для этого успешно используют изоляторы как с гибкими, так и с жесткими стенками, установленные как в чистых, так и в неклассифицируемых помещениях. В этих изоляторах осуществляют операции с микробиологическими средами. Любые нарушения защитных свойств изолятора проявляются в виде прорастания среды, поэтому эффективность барьерной технологии, используемой в сочетании с санитарной обработкой и такими передаточными устройствами как стыковочные порты с блокировкой одновременного открывания дверец, можно считать доказанной. Эти устройства можно с уверенностью использовать для требующих высокой степени чистоты асептических процессов без риска потери асептичности.

При анализе на стерильность необходимо исключить проникновение в контролируемый объем микробиологических загрязнений извне, а образующиеся в ходе анализа аэрозольные загрязнения не имеют значения. Поэтому достаточно использовать изолятор с положительным давлением, расположенный внутри контролируемого чистого помещения с турбулентной вентиляцией. Для таких задач часто используются изоляторы с гибкими стенками и с полускафандрами.

На рис. 4.6 показан изолятор, используемый для анализа на стерильность.

Взвешивание и фасовка сильнодействующих веществ. Все более широкое использование в фармацевтическом производстве сильнодействующих веществ и ужесточение требований к охране труда и защите окружающей среды привело к появлению изоляторов различных размеров и форм, которые позволяют безопасно взвешивать и фасовать вещества, обладающие высокой активностью. Для самых сложных операций, таких как взвешивание стерильных субстанций, в изоляторе должны поддерживаться асептические условия. На рис. 4.7 показано изолирующее устройство, позволяющее поместить в него контейнер с сырьем – сильнодействующей субстанцией и безопасно разделить ее на порции, необходимые для изготовления партии продукции.

Системы для работы с порошками. Естественным развитием использования барьерных технологий для работы с сильнодействующими веществами стало их применение для обеспечения безопасности при переработке и передаче порошков, обычно партиями до 50 кг. При этом барьерная система выполняет двойную функцию, одновременно защищая оператора и окружающую среду и обеспечивая чистые или асептические условия ведения процесса.

На рис. 4.8 показана система для сушки порошка *ан гро* и операций с ним. Она не только обеспечивает асептические условия, но также сдерживает распространение

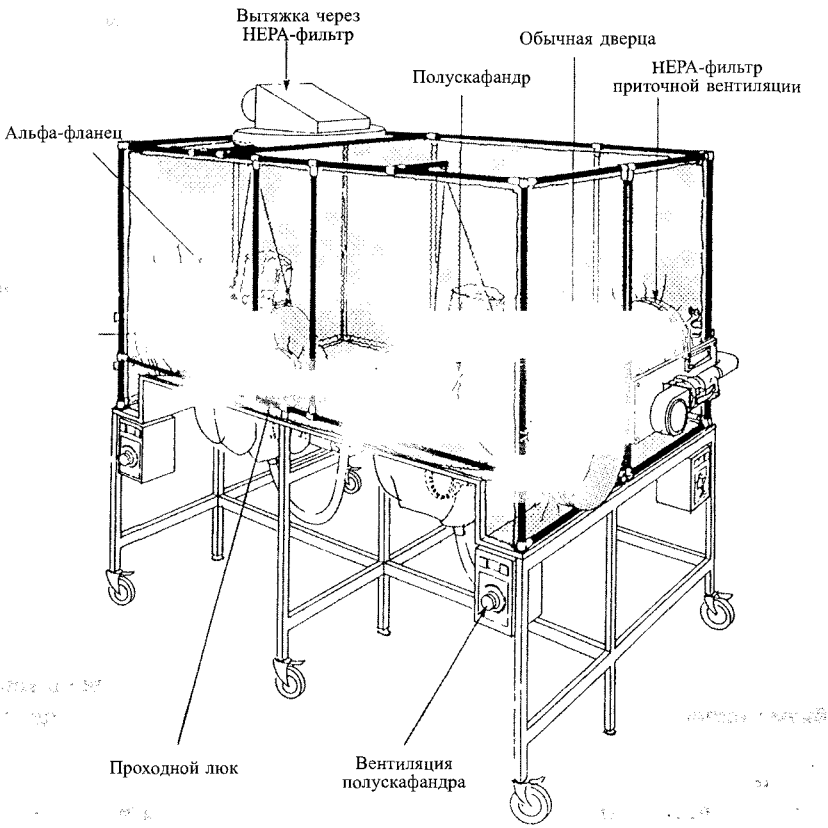


Рис. 4.6. Пленочный изолятор с полускафандрами, используемый для проверки стерильности

сильнодействующей субстанции и позволяет использовать легковоспламеняющиеся растворители в атмосфере азота. Это установка с жесткими стенками и избыточным давлением, размещенная в помещении класса D по классификации GMP EC (что приблизительно соответствует классу ISO 8 или классу 100 000). Чистота азотной атмосферы внутри изолятора поддерживается за счет турбулентной вентиляции. Операции производятся при помощи нарукавных перчаток и полускафандров.

Малосерийное производство. При производстве препаратов для клинических испытаний масштаб работ с использованием изоляторов примерно таков же, как при проведении анализов на стерильность. В таком же масштабе ведется асептическая расфасовка лекарств в больничных аптеках. Производство осуществляется не непрерывно, а сериями, поэтому возможна выгрузка партии продукции из изолятора с использованием одной из наиболее надежных передаточных систем. В таких случаях обычно используют один изолятор для работы с несколькими продуктами либо несколько изоляторов, каждый из которых имеет свое назначение.

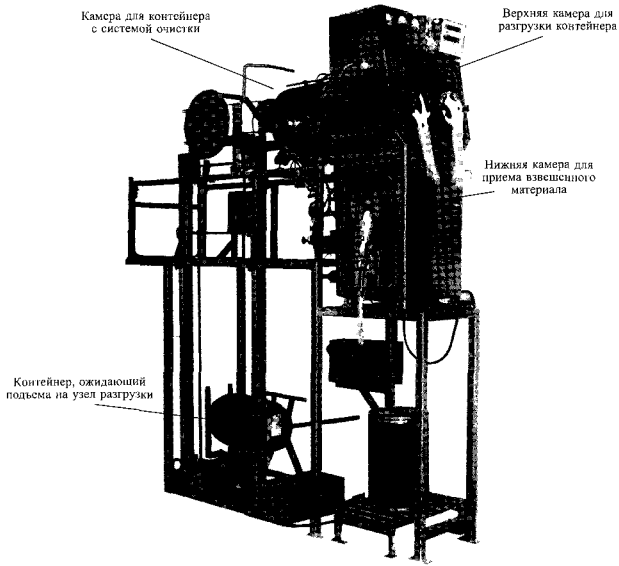


Рис. 4.7. Изолятор для взвешивания сильнодействующих препаратов

На рис. 4.9 показана система из нескольких изоляторов, размещенных в чистом помещении класса С по классификации GMP ЕС (приблизительно соответствует классу ISO 7 или классу 10 000). Конфигурация системы обеспечивает асептические условия и возможность работы с термостатом (депирогенизатором) для операций со стерилизуемыми методом воздушной стерилизации компонентами и для их буферного хранения (фото слева). Рядом с этим изолятором находятся отдельные изоляторы, в которых можно проводить смешивание (приготовление растворов) и/или фасовку (розлив) (фото справа). Материалы перемещаются из одного изолятора в другой в закрытых контейнерах, которые стыкуются с портами в боковой стенке и в полу изоляторов. Чистота внутри изоляторов обеспечивается за счет избыточного давления и подачи однонаправленного потока воздуха, прошедшего двойную фильтрацию через HEPA-фильтры, в критические зоны проведения процесса.

Крупномасштабное асептическое производство. В настоящее время изоляторы используются в крупномасштабном промышленном производстве на стадиях смешивания (при-

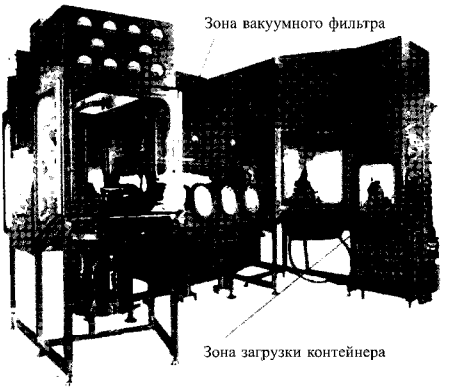


Рис. 4.8. Специальный изолятор для работы с сильнодействующими препаратами

готовления растворов) и фасовки (розлива). На рис. 4.10 показан пример такого производства. В данном случае объединенные в систему изоляторы с жесткими стенками обеспечивают возможность всех операций с компонентами и асептической фасовки (розлива) в рамках единой производственной линии. Требуемый уровень чистоты технологической среды внутри системы достигается избыточным давлением и сочетанием турбулентной вентиляции и однонаправленных потоков воздуха. Секции разделены «запирающими» створчатыми клапанами. Подача продукта на асептический розлив



Рис. 4.9. Группа изоляторов для производства препаратов для клинических испытаний и малых серий



Рис. 4.10. Специализированная линия изоляторов, используемая для крупномасштабного розлива препаратов в шприцы. Продукт движется слева направо

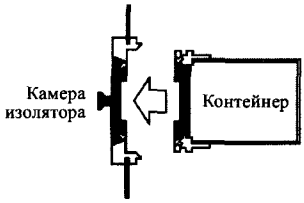
осуществляется автоматически, для ручных операций предусмотрены нарукавные перчатки. Линия установлена в контролируемом, но не классифицируемом с точки зрения чистоты помещении. Для стерилизации поверхностей изоляторов, а также для непрерывной стерилизации подаваемых в систему контейнеров с компонентами используются пары перекиси водорода.

Методы передачи. Для передачи материалов в изолятор и выгрузки из него существует несколько методов.

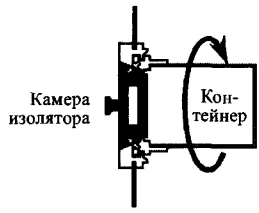
Растворы/жидкости. При необходимости подачи в изолятор жидкостей необходимо всесторонне продумать способ их перемещения, а также подсоединения и отсоединения передаточной системы. Наибольшую надежность обеспечивает использование жестких замкнутых трубопроводов, позволяющих проводить их очистку и стерилизацию на месте, без демонтажа. Если это невозможно, следует рассмотреть другие варианты асептического соединения. Целесообразность использования специальных стыковочных портов, раздельных дроссельных клапанов или дезинфицируемых соединений должна рассматриваться для каждого конкретного случая.

Материалы. Наиболее надежным способом передачи материалов является использование транспортировочных портов (transfer ports), которые в литературе также называют портами быстрой передачи (Rapid Transfer Ports – RTPs), системой изолированной передачи (High Containment Transfer – HCT) или альфа/бета фланцевыми (Alpha/Beta Flange) портами. Они предназначены для объединения и разделения двух замкнутых чистых объемов без их соприкосновения с внешним миром. Это достигается путем использования вращающейся стыковочной системы, которая может применяться (i) для соединения с изолятором небольшого контейнера для загрузки/выгрузки материалов или (ii) для соединения двух изоляторов. На рис. 4.11 показан принцип работы такого устройства.

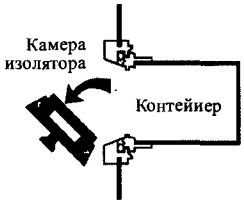
Этап 1
Контейнер (или транспортировочный изолятор) приближается к закрытому порту (входу) изолятора.



Этап 2
Контейнер стыкуется с портом и приводится во вращение (для фиксации); при этом загрязненные поверхности изолируются. Одновременно снимается блокировка с люка изолятора.



Этап 3
Люк изолятора открывается для обеспечения свободного сообщения между двумя изолированными объемами.



Этап 4
Расстыковка осуществляется в обратном порядке.

Рис. 4.11. Вращающаяся стыковочная система

Использование описанных выше стыковочных портов – самый надежный, но дорогой способ загрузки/выгрузки материалов. Существуют и другие, хотя и менее надежные способы передачи. Устройства типа «закручивающейся крышки», или с одной дверцей, весьма ненадежно изолируют внутренний объем от окружающей среды. Фактически, в этом случае единственной конструктивной особенностью устройства, способной обеспечить защиту, является направленный наружу поток воздуха при открывании крышки или дверцы. Вообще говоря, такие устройства не должны открываться с момента завершения подготовки изолятора к работе и до окончания процесса. Более надежен проходной передаточный шлюз с двумя дверцами, рабочие характеристики и эффективность которого можно улучшить, предусмотрев механическую или электромеханическую блокировку одновременного открывания дверец и приточную вентиляцию в шлюзовом пространстве, обеспечивающую разбавление и удаление загрязнений, которые могут поступать при открытой наружной дверце.

«Передаточные шлюзы» или «проходные боксы» (рис. 4.12) можно подразделить на следующие основные типы в порядке возрастания надежности разделения внутреннего и внешнего пространства:

- *Невентилируемые передаточные шлюзы без блокировки дверец.* Это наименее надежное решение, поскольку такие передаточные шлюзы не исключают движения загрязненного воздуха снаружи вовнутрь и наоборот; кроме того, при несоблюдении порядка работы существует риск сообщения внутреннего объема изолятора с окружающей средой.

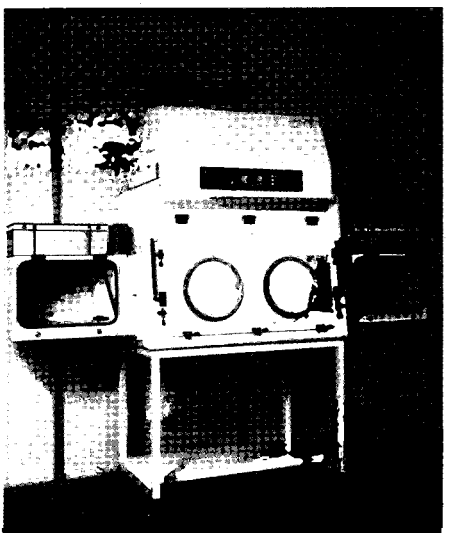


Рис. 4.12. Изображенный на рисунке стандартный передаточный шлюз или проходной бокс может быть дополнен устройством блокировки одновременного открывания дверец и вентиляционной установкой (см. текст)

- *Невентилируемые передаточные шлюзы с блокировкой дверец.* Такая конфигурация схожа с предыдущей; однако блокировка одновременного открывания обеих дверец обеспечивает дополнительную безопасность.
- *Вентилируемые передаточные шлюзы без блокировки дверец.* При таком решении вентиляция обеспечивает направленный наружу поток воздуха, который удаляет из передаточного шлюза возможные загрязнения. Контроль за недопустимостью одновременного открывания обеих дверец и за соблюдением необходимого времени продувки достигается административными мерами.
- *Вентилируемые передаточные шлюзы с блокировкой дверец.* Это наиболее надежная конфигурация передаточного шлюза. Для обеспечения эффективной продувки камеры перед открыванием противоположной дверцы можно предусмотреть задержку на заданное время.

Загрузка/выгрузка через передаточные шлюзы или камеры используется, как правило, если процесс производства или контроля продукции осуществляется партиями. Однако при непрерывном процессе и при крупномасштабном производстве продукт

может непрерывно выгружаться из изолятора либо (i) в накопительный изолятор, используя один из вышеописанных методов передачи, либо (ii) через «мышиную нору» или передаточный туннель. При использовании второго варианта необходима тщательная квалификация и мониторинг функционирования системы при ее приемке и во время эксплуатации. Хорошим методом проверки изолирующих свойств таких систем являются аэрозольные тесты, в ходе которых измеряется проникновение в изолятор аэрозоля, генерируемого в помещении, где он установлен. Эффективность выбранной передаточной системы зависит от класса окружающего помещения и наоборот (см. обсуждение ниже).

Технологическая среда вокруг изолятора. Необходимо определить, каким должно быть качество технологической среды, окружающей отдельный изолятор или систему изоляторов. При принятии решения следует учитывать целый ряд факторов, а именно:

- возможный риск для процесса;
- целостность барьера;
- методы осуществления операций;
- методы передачи;
- давление внутри изолятора;
- методы уборки;
- нормативные требования.

Риск для процесса. Основное внимание при анализе риска следует уделить чувствительности продукта к загрязнению. Прежде всего необходимо определить, будет ли продукт изготавливаться в условиях асептичекого производства или подвергаться финишной стерилизации. Использование изоляторов, очевидно, целесообразно при производстве асептических препаратов, особенно если в препарате возможен рост микроорганизмов, но вряд ли будет способствовать повышению качества финишно стерилизуемых препаратов, кроме тех случаев, когда существуют проблемы, связанные с аэрозольными загрязнениями в помещении. Вероятность попадания микроорганизмов в контейнер и их последующего роста зависит (а) от того, поступают ли контейнеры в зону наполнения открытыми или закрытыми; (б) от площади горловины; (в) от времени, в течение которого контейнер остается открытым и (г) от вероятности роста бактерий в продукте. Анализ риска заключается в оценке всех этапов процесса, начиная от асептической сборки системы до транспортировки продукта.

Целостность барьера. Изолятор должен быть изготовлен таким образом, чтобы в течение всей его эксплуатации обеспечивалась целостность барьера и чтобы в этой целостности можно было убедиться. Очевидно, что чем выше целостность барьера, тем ниже вероятность проникновения микроорганизмов извне и, следовательно, тем меньше окружающая среда будет влиять на процессы и операции, осуществляемые в изоляторе. Очень большое значение имеет выбор между жесткими стенками и пленочной конструкцией, число и качество съемных панелей (их открывание всегда связано с риском), тип и природа соединений и герметизирующих материалов, качество изготовления, а также тщательность заводских испытаний. Крайне важно обеспечить возможность регулярного проведения проверки целостности барьера путем тестов на удержание

давления, на скорость снижения давления или скорость утечки. Чем легче проводить такие тесты и демонстрировать эффективность барьера, тем меньше будет необходимость обеспечивать высокое качество воздуха в зоне, где используется изолятор.

Методы осуществления операций. Используемые методы осуществления ручных операций (перчатки с рукавами или крагами или полускафандры) влияют на общую целостность изолятора, поскольку в местах соединения манипуляционных устройств с изолятором существует возможность нарушения барьера. Кроме того, если осуществление операций вручную предполагает использование перчаток или полускафандра, возможность нарушения чистоты процесса или продукта выше, чем при использовании щипцов, дистанционных манипуляторов или роботов. Авторы придерживаются мнения, что при необходимости ручных операций перчатки с рукавами или крагами предпочтительнее полускафандров. Это особенно важно, если для определения целостности манипуляционного устройства *in situ* используются повседневные тесты. Высокую степень уверенности в целостности перчаток и герметичности соединения обеспечивает их простая проверка каждый раз до и после работы путем теста на удержание давления или диффузию газа. Такой подход весьма затруднителен при использовании полускафандра, главным образом, из-за его достаточно больших размеров. С другой стороны, использование щипцов и дистанционных манипуляторов (которые первоначально были разработаны для работы с радиоактивными веществами) может быть рекомендовано в изоляторах, предназначенных для обеспечения асептических условий или работы с токсичными и биологически опасными веществами. Следует однако отметить, что щипцовые манипуляторы должны быть оснащены манжетами, обеспечивающими герметичность вокруг вращательно-скользящего шарнира. С точки зрения целостности и риска разгерметизации такая манжета сродни перчатке.

Методы передачи. Загрузка/выгрузка материалов является еще одним моментом возможного нарушения технологической среды внутри изолятора. Очевидно, что чем надежнее передаточная система, тем менее строгие требования предъявляются к чистоте среды в окружающем помещении. Если изоляторы используются для производства малых серий продукции, то наиболее надежны системы стыковочных портов с блокировкой одновременного открывания дверей (их часто называют альфа/бета системами), а наименее надежны одинарные дверцы или системы типа «закручивающейся крышки». При непрерывном производстве наилучшим способом является использование тоннелей с защитной вентиляцией, а наименее эффективным – «мышиные норы». Этот вопрос более подробно рассмотрен выше, в разделе о методах передачи.

Хотя в настоящее время не существует стандартных тестов оценки работы подобных передаточных устройств, для определения их коэффициента защиты можно успешно использовать тесты на локализацию процесса, которые применяются для микробиологических боксов с открытой передней створкой. Такие тесты позволяют количественно оценить изоляцию объемов, обеспечиваемую при эксплуатации подобных устройств. По мнению авторов, тест такого рода, вероятно, в будущем станет основой типового эксплуатационного теста для передаточных устройств.

Давление внутри изолятора. Очевидно, что давление внутри изолятора оказывает важнейшее влияние на способность изолятора препятствовать проникновению наружного

воздуха. Уровень избыточного давления должен быть таким, чтобы предотвращать поршневой эффект при быстром движении перчаток. С другой стороны, необходимо определить, должна ли система подачи воздуха в изолятор обеспечивать направленный наружу воздушный поток при повреждении или полном разрушении перчатки. Поршневой эффект перчаток зависит от соотношения объемов (т. е. от отношения объема воздуха, который перемещается при движении перчатки, к общему объему изолятора). Как правило, устройства с избыточным давлением 15–25 Па по отношению к помещению в целом более подвержены влиянию поршневого эффекта, чем устройства с избыточным давлением 50–80 Па. Для создания воздушного потока, обеспечивающего защиту изолятора при повреждении или разрушении перчатки, скорость потока в зоне разгерметизации должна составлять 0,5–0,7 м/с. Система подачи воздуха в изолятор должна быть спроектирована таким образом, чтобы в случае повреждения перчатки и связанного с этим падением давления она смогла забирать из помещения воздух в объеме, достаточном для обеспечения такой скорости. При существенно больших скоростях воздушного потока высока вероятность заноса загрязнения в изолятор извне в результате сильной турбулентности.

Хотя данная глава посвящена главным образом устройствам с избыточным давлением, аспекты, связанные с целостностью и функционированием, в равной мере относятся и к системам с отрицательным давлением. Однако конструкция систем с отрицательным давлением предполагает подсос воздуха; очевидно, что в этом случае к качеству окружающей среды предъявляются более высокие требования, чем при использовании аналогичных систем с избыточным давлением.

Методы санитарной обработки. Большое значение имеют методы и периодичность уборки и стерилизации изолятора. От эффективности и воспроизводимости метода санитарной обработки зависит качество окружающей изолятор среды, особенно если предполагается, что при переходе от серии к серии изолятор будет открываться. Если изолятор установлен в контролируемом, но неклассифицируемом помещении, необходимо свести к минимуму привнесение загрязнения из помещения внутрь открытого изолятора. Для этого можно включить встроенную в изолятор систему подачи воздуха в режим полной замены, а не рециркуляции. Если загрязнение изолятора все-таки произошло, необходимо использовать хорошо воспроизводимый и эффективный метод санитарной обработки или стерилизации поверхности. Протирка поверхности или распыление аэрозольных дезинфицирующих средств, как правило, не обеспечивает воспроизводимость и высокую эффективность дезинфекции. Однако жестко контролируемые процессы с использованием паров, например, традиционных формальдегида, перекиси водорода и перуксусной кислоты, очень эффективны при условии, что обрабатываемые поверхности предварительно очищены от механических загрязнений. В некоторых случаях возможно применение аэрозольных дезинфицирующих средств, но при этом бóльшее значение приобретают вопросы эффективности их распространения внутри обрабатываемого объема и ослабления их действия из-за скопления механических загрязнений.

Нормативные требования. Решение о том, каким должно быть качество технологической среды в помещении, где установлен изолятор, можно принять, проанализировав все перечисленные выше переменные факторы. Чтобы обосновать выбор конкретных параметров технологической среды, пользователь изолятора совместно с проектиров-

щиком и поставщиком должны установить необходимый уровень целостности системы. Представители контролирующих органов вправе ожидать, что использование изоляторов приведет к снижению уровня загрязнения продукта, а также к улучшению других аспектов обеспечения качества продукции, охраны здоровья операторов, безопасности и защиты окружающей среды. Имеющийся на настоящий момент опыт показывает, что при возможности создания эффективной изолирующей системы и при подтверждении непрерывного сохранения ее целостности на должном уровне изоляторы, в которых ведется асептическое производство, могут размещаться в контролируемых, но неклассифицируемых помещениях. Это наиболее убедительно доказывает более чем 15-летний опыт успешного выращивания СПФ-животных в изоляторах, установленных в неклассифицируемых помещениях. Однако органы, контролирующие производство лекарственных средств, не вполне доверяют такой философии и предпочитают более консервативный подход, который изложен ниже.

Необходимо представить данные о степени достигаемого контроля, в частности, о том, воздействию каких аэрозольных и микробиологических загрязнений подвергается изолирующая система. Для этого достаточно предусмотреть простую программу мониторинга технологической среды в помещении. Необходимо также продемонстрировать, что доступ людей в помещение и рабочее пространство контролируется. Объем необходимой информации и основанные на ней выводы зависят от конкретного контролирующего органа. По мнению и опыту авторов целесообразно поддерживать условия окружающей среды в помещении на уровне класса ISO 8 (класс 100 000). При использовании систем с отрицательным давлением или систем, основанных на технологии небольшого избыточного давления, следует ожидать, что потребуется соответствие окружающей среды классу ISO 7 (класс 10 000). В соответствии с GMP ЕС (1997 г.) европейские контролирующие органы требуют, чтобы для асептических процессов соблюдался (по меньшей мере) класс D, что примерно соответствует классу ISO 8 или классу 100 000.

Проектные решения и окружающая изолятор технологическая среда Приняв во внимание все изложенные выше соображения и определив тип и природу барьерной технологии, которая будет использоваться, а также качество технологической среды, важно рассмотреть ряд связанных с этим вопросов. Недостаточно просто решить, должно ли помещение быть классифицируемым в соответствии со стандартами по чистым помещениям или аналогичными требованиями GMP к микробиологической чистоте. Необходимо гораздо более тщательно проанализировать все характеристики помещения, где будет установлен изолятор, поскольку это может существенно повлиять на тип окружающей изолятор технологической среды. Ниже мы рассматриваем некоторые из ключевых аспектов, чтобы проиллюстрировать, что вопрос не сводится только к классу чистоты помещения.

Очевидно, что размер производственной зоны влияет на стоимость ее создания, на энергозатраты для поддержания необходимых условий и на усилия, прилагаемые для обеспечения надлежащего мониторинга качества среды. Чем меньше площадь, тем меньше эти расходы. Однако опыт применения изолирующих технологий в целом показывает, что применение изоляторов или барьерных технологий не обеспечивает существенного сокращения общей площади. Преимущества можно добиться за счет уменьшения сложности помещений и меньшей степени их разделения. Если разместить

группу отдельных изоляторов, в которых проводятся различные производственные операции, в едином пространственном объеме, можно достичь существенных преимуществ с точки зрения коммуникаций, гибкости в использовании персонала, совместного использования пространства и разделения систем вентиляции и кондиционирования воздуха. На рис. 4.13 приводится пример планировки блока помещений при традиционном асептическом производстве. При использовании изоляторов планировка может быть упрощена – один из возможных вариантов показан на рис. 4.14.

Целесообразно рассмотреть вопрос о качестве используемых конструкций и материалов, в результате чего может оказаться, что отказ от высококачественных чистых фармацевтических производственных помещений в пользу помещений, которые соответствуют хорошему упаковочному участку, дает существенную экономию средств и позволяет сократить сроки строительства. Как говорилось выше, упрощенная планировка и менее строгие требования к качеству технологической среды означают, что эксплуатационные требования к системам вентиляции и кондиционирования воздуха также могут быть снижены и эти системы могут быть существенно упрощены с точки зрения контроля объема и температуры воздуха в различных зонах и перепада давления в помещениях. Это позволяет сократить как капитальные, так и эксплуатационные расходы.

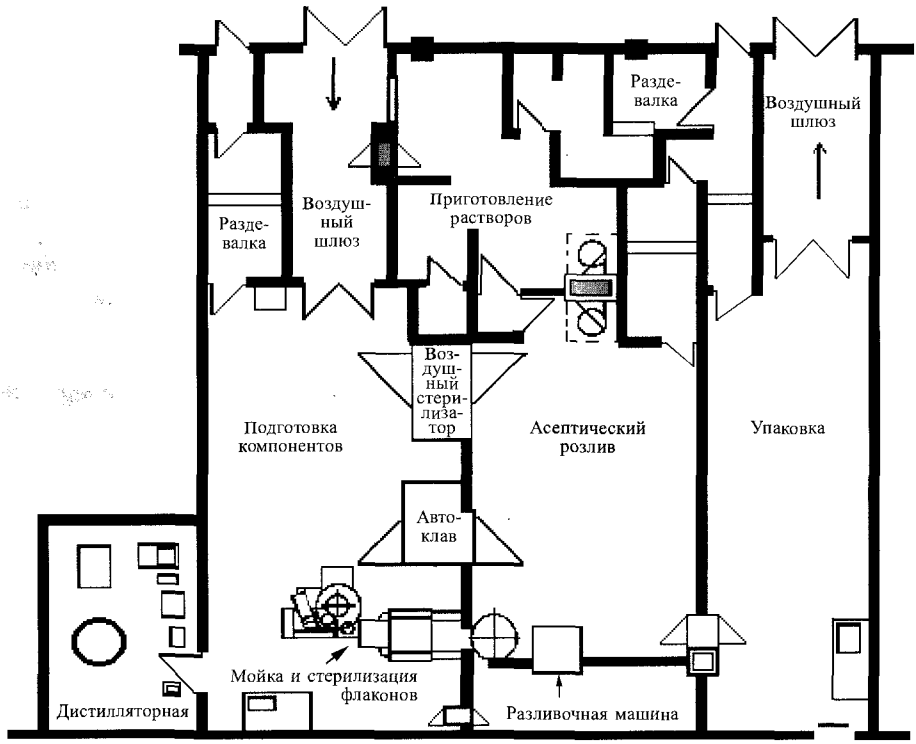


Рис. 4.13. Концепция традиционной конфигурации чистых помещений для производства и розлива парентеральных цитотоксичных препаратов

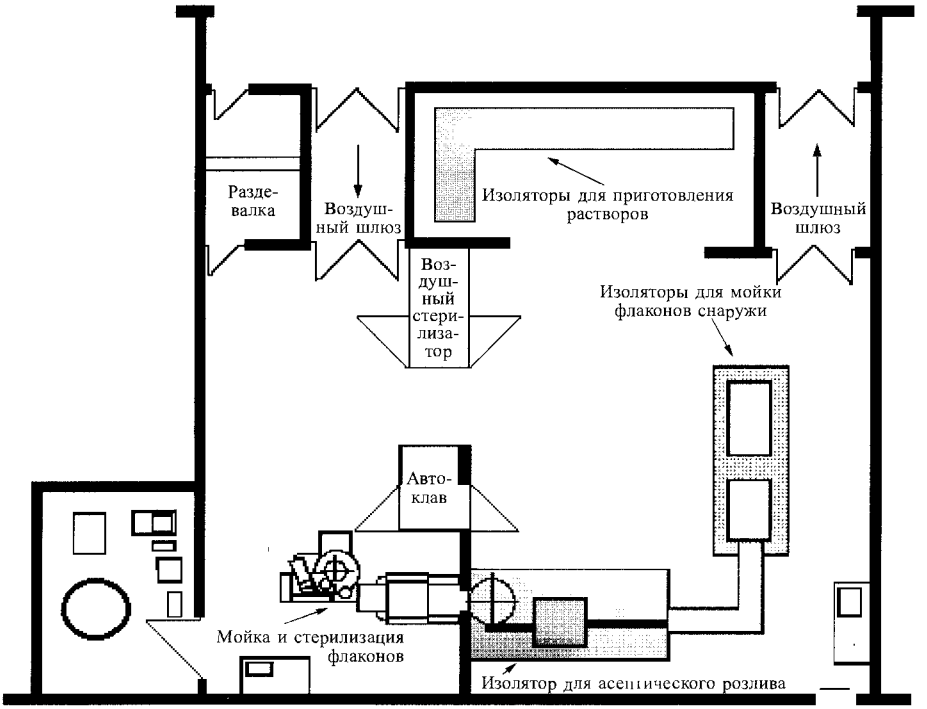


Рис. 4.14. Концепция конфигурации чистых помещений для производства и розлива парентеральных цитотоксичных препаратов с использованием изоляторов для приготовления растворов, розлива и деконтаминации

Снижение эксплуатационных расходов Еще одно важное преимущество размещения эффективной изолирующей системы в помещении, отвечающем минимальным необходимым требованиям к качеству технологической среды, заключается в снижении стоимости поддержания качества среды и управления им. Можно достичь снижения трудозатрат, а следовательно и связанных с ними расходов на уборку и дезинфекцию, а также на мониторинг аэрозольных и микробиологических загрязнений. Избавившись от необходимости нагревать и охлаждать большие объемы воздуха для поддержания чистых или асептических условий, можно ограничиться простым поддержанием климатических параметров на уровне, комфортном для работающих. Производственные расходы, связанные с управлением персоналом, в частности, с переодеванием, существенно снижаются при упрощении помещений и их меньшем разделении. Вероятно, не потребуется переодеваться при каждом входе в зону, а качество спецодежды может быть существенно ниже, чем одежды для чистых помещений, где асептическое производство ведется традиционным способом.

Контроль перепадов давления и воздушных потоков

Достаточно часто проблемой является поступление в чистые помещения загрязненного воздуха извне, хотя при хорошем проекте его можно ограничить. В частности, загряз-

ненный воздух нередко проникает в чистые помещения из-за недостаточно продуманных ограждающих конструкций. Поэтому для минимизации или полного предотвращения этой проблемы необходимо делать зазоры между элементами конструкции как можно меньше и поддерживать в помещении избыточное давление. Вопросы баланса давления в помещениях рассматриваются ниже.

Загрязнение поверхностей и воздуха может возникнуть также при движении персонала, перемещении оборудования и материалов через плохо спроектированные воздушные шлюзы и раздевалки.

Блоки чистых помещений, используемые в фармацевтической промышленности, состоят из нескольких чистых помещений, в которых проходят различные этапы технологического процесса. От этапа к этапу и от помещения к помещению требования к технологической среде постепенно ужесточаются вплоть до этапа первичной упаковки и укупорки контейнеров с продукцией (см. рис. 4.1 и 4.2). В этой точке необходимо поддерживать самое высокое качество окружающей технологической среды. На этапе маркировки и вторичной упаковки требования к окружающей среде снижаются. Различная чистота технологической среды достигается за счет различной скорости подачи воздуха и использования устройств с однонаправленным воздушным потоком или изоляторов в критических зонах.

Чтобы гарантировать поддержание столь различных условий в каждом чистом помещении, стандарты по чистым помещениям и руководства по GMP требуют поддерживать перепады давления между отдельными помещениями с целью предотвратить нежелательное движение воздуха из зон более низкого класса в более чистые и, таким образом, снизить вероятность переноса загрязнения. Опыт показывает, что достижение разумного баланса давления и его последующее поддержание является одной из сложнейших проблем при проектировании, приемке и эксплуатации производства, особенно если речь идет о сложных фармацевтических технологических блоках, состоящих из множества различных помещений.

Принятые стандарты по чистым помещениям сходятся в том, что перепад давления между чистыми помещениями должен составлять 10–15 Па. Такой перепад легко достижим, поддается мониторингу и, очевидно, предотвращает перенос загрязнения. Однако следует иметь в виду, что, хотя в руководствах по чистым помещениям и могут приводиться конкретные цифры в 10 или 15 Па, это требование – только средство для достижения цели. Если между помещениями блока отсутствуют нежелательные воздушные потоки, то перепад давления не имеет значения. Однако не все пользователи и контролирующие органы понимают и принимают такие доводы. Точно такие же соображения справедливы, когда речь идет об изоляторах. Однако в этом случае, поскольку необходимо обеспечивать качество воздуха в малом рабочем объеме, заметную роль играет перемещение воздуха при движении рук в перчатках, что необходимо учитывать при выборе и квалификации перепадов давления. Для изоляторов перепад давления обычно составляет 15–60 Па.

В некоторых случаях вытяжные воздуховоды из чистого помещения выходят в прилегающий внешний коридор, отделенный от помещения воздушным шлюзом или раздевалкой, т. е. давление в таком коридоре может быть на два уровня ниже, чем в самом помещении. Поэтому необходимо иметь в виду ограничения, связанные с тем, на какое статическое давление рассчитана конструкция, и с тем, может ли вентиляционная установка создавать необходимое избыточное давление. При разнице давления более 30 Па

возможны некоторые трудности в закрывании и открывании распашных дверей и «свист» в дверных зазорах.

Проблемы возможны и в случае, когда на границе перепада давления между помещениями установлено технологическое оборудование, например, в случае процесса, ведущегося в тоннеле, где контейнеры моются, стерилизуются и наполняются, перемещаясь из помещения подготовки компонентов в зону асептического розлива. Перепад давления между соединенными тоннелем помещениями может привести к перетеканию воздуха. Этот воздушный поток может изменить температурные характеристики и, следовательно, эффективность термостата для воздушной стерилизации; более того, возможно даже повреждение тоннеля вследствие образования в нем зон с повышенной температурой. Колебания перепада давления изменяют количественные характеристики воздушного потока, что в свою очередь может приводить к изменениям в эффективности системы и осложнять ее валидацию. Поскольку тоннель проходит через границу между зонами с различным давлением, необходимо каким-либо образом ограничить перетекание воздуха через тоннель. Если этого не сделать, потребуется увеличить подачу воздуха в зону с наиболее высоким давлением. Даже если тоннель должным образом закрыт, приточная вентиляция должна иметь резерв по производительности; для его расчета можно воспользоваться приведенным ниже уравнением (1).

Существует два способа создания необходимого баланса давления между комнатами, входящими в блок чистых помещений. Они известны как решения с «открытыми» и «закрытыми дверьми». Подход «открытых дверей» наиболее целесообразен, если устройство воздушных шлюзов неудобно или невозможно, например, в больничных операционных. Пример решения с «закрытыми дверьми» применительно к блоку чистых помещений приведен на рис. 4.15.

Объем подаваемого в каждое помещение воздуха определяется требованием стандарта по снижению концентрации загрязнений или требованиями по охлаждению. Вытяжная вентиляция в помещении регулируется так, чтобы обеспечить необходимый перепад давления. Регулировка осуществляется либо вручную, либо автоматическими заслонками, положение которых меняется в зависимости от давления в помещении. Преимущество такого решения с «закрытыми дверьми» заключается в его простоте и низкой вероятности сбоев в работе. Поскольку приточная и вытяжная вентиляция в каждом помещении практически сбалансированы, воздухообмен между различными зонами минимален.

Как уже говорилось выше, чистые помещения должны быть герметичными, чтобы минимизировать просачивание воздуха через элементы конструкции. Однако невозможно предотвратить перетекание воздуха из зоны с более высоким давлением в зону с более низким давлением через дверные зазоры. Утечку воздуха через небольшие зазоры и отверстия можно рассчитать по формуле:

$$Q = A \times \alpha \sqrt{\Delta P} \qquad (1)$$

где Q – объем воздуха (м^3/с),
A – площадь зазора (м^2),
ΔP – перепад давления (Па),
α – коэффициент расхода (0,85)

Утечку воздуха через дверные зазоры можно оценить достаточно точно, если известны допуски дверной арматуры, но суммарная утечка зависит и от качества испол-

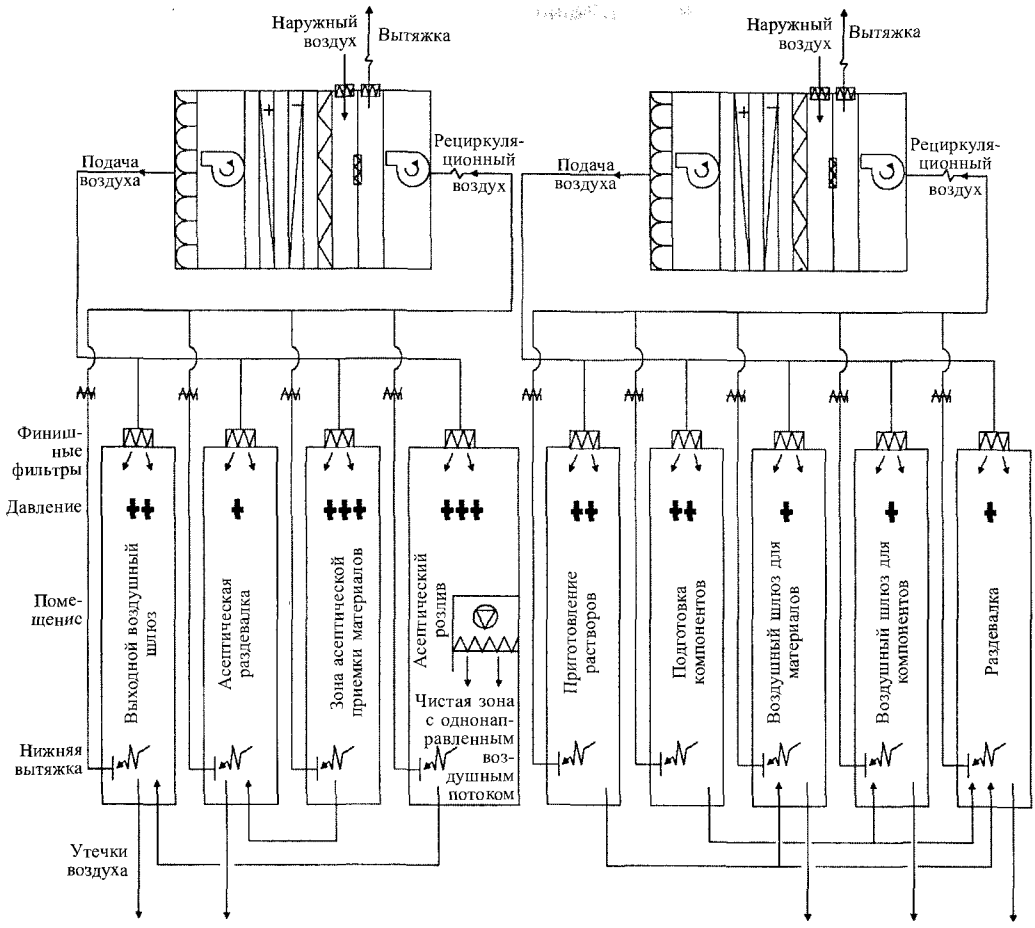


Рис. 4.15. Приточная и вытяжная вентиляция в блоке чистых помещений с использованием подхода «закрытых дверей»

нения, которое окончательно становится ясным только при приемке помещения. Поэтому при проектировании вентиляции целесообразно предусмотреть достаточный запас по производительности, чтобы компенсировать бóльшую, чем предполагается при проектировании, утечку.

Недостатком решений с «закрытыми дверьми» является то, что они никак не учитывают нежелательные потоки воздуха, возникающие при открывании и закрывании дверей. Кроме того, если оставить дверь открытой, то за счет турбулентности, создаваемой потоками воздуха из решеток приточной вентиляции, происходит движение воздуха между разделяемыми дверью зонами. Этот эффект усугубляется разницей температур. Так, если температура в смежных помещениях одинакова, то воздухообмен через двойную дверь составляет 0,19 м^3/с в обоих направлениях, а при разнице температуры в 2°С он возрастает до 0,24 м^3/с. Чтобы предотвратить нежелательное движение воздуха, необходимо создать достаточный поток воздуха через дверной проем в направле-

нии менее чистой зоны. На графике, представленном на рис. 4.16, показан объем воздуха, предотвращающий существенный обратный ток воздуха через одинарный (0,9 м × 2,05 м) и двойной (1,4 м × 2,05 м) дверной проем при разнице температур от 0°С до 5°С. Необходимый объем определяют в соответствии с расчетным перепадом температуры. При других размерах проемов приведенные величины изменяются пропорционально.

На рис. 4.17(a) – (c) приведены чертежи решения с «открытыми дверьми» применительно к планировке, показанной на рис. 4.1. На рис. 4.17(a) представлены ожидаемые воздушные потоки, когда все двери закрыты, а на рис. 4.17(b) и (c) – воздушные потоки в блоке при поочередном открывании дверей из чистой зоны розлива. Из-за нехватки места не приводятся чертежи, иллюстрирующие влияние открывания остальных дверей в блоке. Однако расчеты показывают, что направление воздушных потоков будет правильным, т.е. из чистых зон в менее чистые. Расчет данного решения воздушных потоков произведен Питером Робертсоном (Peter Robertson), ранее работавшим в отделе исследований инженерных систем зданий (Building Services Research Unit) Университета Глазго.

Для постоянного поддержания правильного направления воздушных потоков во всем блоке производительность приточной вентиляции должна быть примерно 0,69 м³/с для комнаты розлива и примерно 0,63 м³/с для комнаты приготовления растворов. Эти величины необходимы для обеспечения воздушных потоков, при этом не принимается во внимание необходимость охлаждения и снижения концентрации аэрозольных загрязнений. Таким образом, эти объемы воздуха являются минимально необходимыми для контроля воздушных потоков в блоке помещений, планировка которого представлена на рисунке. Дополнительные объемы воздуха могут использоваться для лучшей защиты дверей или отводиться из того же помещения через вытяжную вентиляцию.

Данные величины рассчитаны для максимальной разницы температур 2°С между комнатой чистого розлива и прилегающими помещениями и 1°С между всеми остальными зонами. Воздухозаборные решетки, через которые перетекает воздух при закрытых дверях, являются стабилизаторами давления и должны регулироваться так, чтобы в комнате поддерживалось необходимое давление, а их размер должен соответствовать максимальному проходящему через них воздушному потоку.

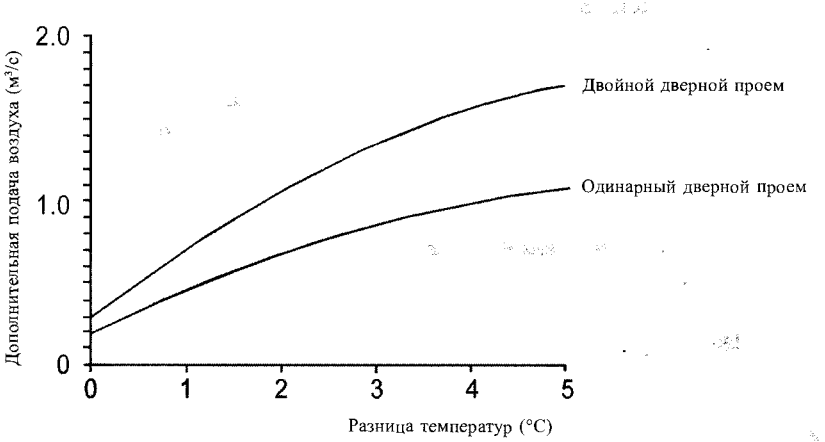


Рис. 4.16. Поток воздуха, обеспечивающий изоляцию дверей

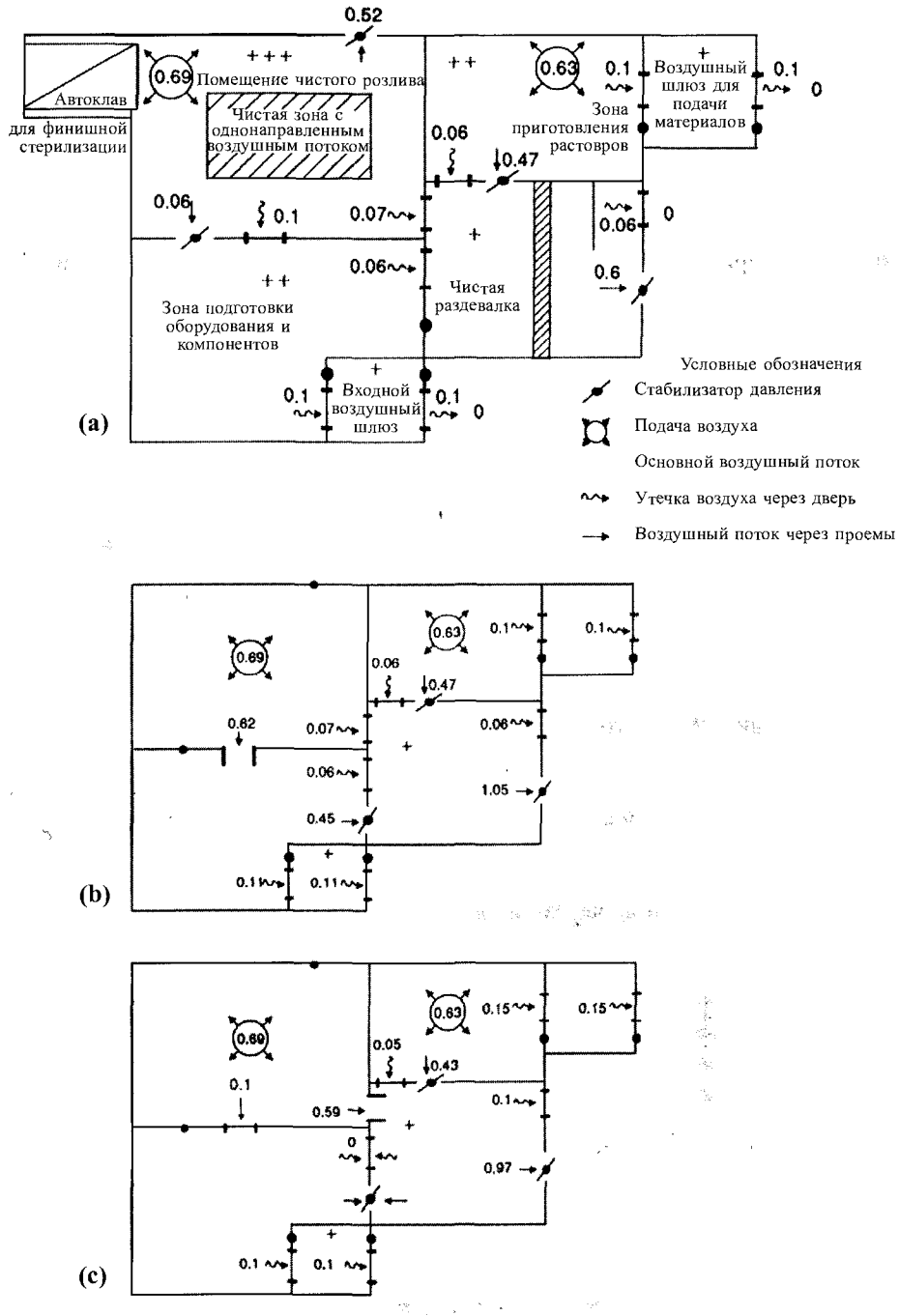


Рис. 4.17. *Движение воздуха в блоке: (a) при закрытых дверях; (b) при открытой двери* между комнатой розлива и комнатой подготовки оборудования и компонентов; (c) при открытой двери между комнатой розлива и раздевалкой

Следует отметить, что цифры, рассчитанные для данного проекта, являются приблизительными, поскольку трудно сказать, какое давление будет в помещении при открытой двери и, следовательно, точно рассчитать утечку воздуха через дверь. Однако с практической точки зрения они достаточно точны. Например, нельзя с абсолютной уверенностью сказать, каков будет воздушный поток между раздевалкой и зоной подготовки оборудования и компонентов, когда открыта дверь между зоной розлива и раздевалкой. Поскольку неизвестно точное давление в раздевалке, существует вероятность небольшого обратного тока в зону оборудования и компонентов. Однако если такое и случится, это не имеет практического значения.

Недостатком решений с «открытыми дверьми» является то, что в случае блоков с множеством помещений и дверей трудно спроектировать систему, которая гарантировала бы неизменность направления движения воздуха. Однако при простой схеме потоков такое решение имеет право на жизнь.

КОНТРОЛЬ ТЕМПЕРАТУРЫ И ВЛАЖНОСТИ

Показатели, к которым следует стремиться – температура 20°С при относительной влажности (40±5)%. Однако при работе с материалами, чувствительными к влажности, например, с порошками, относительная влажность должна быть ниже – около (25±5)%, причем для некоторых продуктов могут потребоваться особые условия. Соображения экономии или обеспечения комфортных условий работы могут потребовать изменения температуры (по показаниям сухого термометра). В зависимости от географического положения, рода производства и используемой одежды обычно проектом предусматривается температура от 18°С до 22°С.

УРОВЕНЬ ОСВЕЩЕННОСТИ

В блоках, где производятся стерильные препараты, как правило, используется исключительно искусственное освещение. Обычно для работы требуется освещенность в диапазоне 400–750 люкс. Для некоторых операций освещенность должна быть выше, но она обычно обеспечивается за счет местного источника света. При такой высокой освещенности возникают проблемы, связанные с цветопередачей и бликами яркого света. Используемые в чистых помещениях герметичные светильники с гладкой поверхностью затрудняют защиту от бликов традиционными способами, и это необходимо учитывать при выборе уровня освещенности. Источник света должен обеспечивать цветопередачу, максимально приближенную к цветопередаче при естественном освещении.

УРОВЕНЬ ШУМА

Многие технологические процессы, ведущиеся в чистых помещениях, связаны с высоким уровнем шума, который усугубляется необходимостью подачи в помещение больших объемов воздуха. В некоторых стандартах говорится, что уровень шума рядом с устройствами для создания однонаправленного воздушного потока должен составлять около 65 дБ. Этот уровень очень высок, и при хорошо спроектированной системе можно добиться расчетного уровня в 55 дБ в помещении без персонала. Очевидно, что для некоторых задач уровень шума должен быть ниже, и проектировщик должен учитывать конкретные требования.

ЭСТЕТИЧЕСКИЕ СООБРАЖЕНИЯ

Внешнему виду чистых помещений часто почти не уделяют внимания. Отмечены случаи «снежной слепоты», связанной с ярким светом, отражающимся от белых поверхностей. Во избежание этого и для создания более приятной атмосферы в чистых помещениях следует использовать цвет. Кроме того, цвет может использоваться для обозначения границ зон разного класса чистоты.

Пропорции чистых помещений влияют на восприятие размера и пространства. Если необходимо обеспечить определенную кратность воздухообмена, имеет смысл минимизировать объем помещения, чего можно достичь за счет высоты потолка. Однако при проектировании очень больших чистых помещений высоту потолка следует тщательно продумывать, поскольку низкий потолок ухудшит эстетическое восприятие помещения.

СТРОИТЕЛЬСТВО, КОММУНИКАЦИИ И ОБОРУДОВАНИЕ

Чистые помещения строят, используя как традиционные технологии строительства, так и специально разработанные системы конструкций заводского производства. Какая бы система ни использовалась, она должна являться эффективным и адекватным компромиссом между чем-то идеальным во всех отношениях и тем, что можно построить в рамках имеющегося бюджета и сроков.

Из предыдущих разделов должно быть ясно, что качество строительства чистых помещений непосредственно влияет на нежелательную утечку воздуха через ограждающие конструкции в обоих направлениях. Кроме того, следует избегать выступов и углублений, где могут накапливаться загрязнения, а качество отделки поверхностей должно препятствовать чрезмерному образованию частиц. Конструкция окон и дверей не должна способствовать скапливанию грязи, а все швы должны быть тщательно заделаны.

Системы кондиционирования воздуха, энергоснабжения и водоснабжения и иные коммуникации должны быть интегрированы в конструкцию здания. Ранее уже говорилось о необходимости встраивания корпусов HEPA-фильтров в потолок. Не менее тщательно нужно подходить и к монтажу финишных устройств приточной и вытяжной вентиляции. Воздуховоды должны быть герметичными и моющимися. Вводы других коммуникаций в помещения и места их подключения к технологическому оборудованию также должны быть тщательно герметизированы.

Нередко остается непродуманным вопрос о том, как будет осуществляться ремонт или замена производственного оборудования. При изменениях в производственной деятельности часто бывает необходимо усовершенствовать чистые помещения и технологическое оборудование. В большинстве случаев при этом неизбежно требуется быстро подвести дополнительные электрические кабели и другие коммуникации, а иногда возникает необходимость перепланировки и изменения конструкции чистых помещений. Изменения в коммуникациях гораздо проще будет осуществить, если заранее предусмотреть в стенах вертикальные каналы для проводок и доступ для обслуживания в пространство над чистыми помещениями. Перепланировка помещений всегда связана с большими сложностями, и здесь может помочь использование готовых стеновых панелей.

Интересно сравнить, как организованы чистые помещения в микроэлектронной и фармацевтической промышленности. В микроэлектронной промышленности подводка коммуникаций легко осуществляется через доступные сервисные коридоры, проходящие сквозь чистое помещение (см. рис. 3.1 в главе 3), а для подводки коммуникаций

к технологическому оборудованию в перегородках предусмотрены разъемы. Это дает возможность легкого обслуживания или модифицирования оборудования без существенного нарушения пространства чистого помещения. Однако такой принцип организации чистых помещений труднодостижим в фармацевтической промышленности, потому что здесь требуется гораздо бóльшее разделение помещений, а стыковка оборудования, расположенного в смежных помещениях и используемого для различных технологических этапов, может вообще оказаться невозможной, если помещения разделены сервисными коридорами. Тем не менее очевидно, что это только общее правило и в некоторых случаях сервисные коридоры вполне допустимы.

И, наконец, почти в каждом кратком описании проекта говорится о таком расплывчатом понятии как «гибкость». Однако такие требования как необходимость нижнего расположения решеток вытяжной вентиляции, поддержания перепадов давления и организации материальных и людских потоков исключают полную гибкость. Поэтому при проектировании лучше всего стремиться к созданию производства, где отдельные блоки чистых помещений или отдельные чистые комнаты могут быть изменены без существенного вмешательства в прилегающие зоны, в которых может продолжаться производство.

ПРИЕМКА И ЭКСПЛУАТАЦИОННАЯ КВАЛИФИКАЦИЯ

Проектирование и строительство фармацевтических чистых помещений является сложной задачей. По завершении строительства необходимо продемонстрировать, что эксплуатационные характеристики блока чистых помещений соответствуют предъявляемым требованиям. В этой работе обязательно должны участвовать проектировщики, лица, проводившие строительство и монтаж оборудования, а также пользователи. Для простоты эту завершающую задачу можно подразделить на приемку и эксплуатационную квалификацию. Эти задачи неразделимы, но для ясности лучше рассматривать их в отдельности.

Приемка

В процессе приемки необходимо продемонстрировать, что системы управления параметрами технологической среды полностью смонтированы, что все компоненты установлены, правильно функционируют и соответствуют технической спецификации.

Обычно при этом рассматриваются:

- вентиляторы и насосы;
- органы управления и средства контроля;
- количественные характеристики воздушных потоков;
- баланс давления в помещениях;
- температурный режим.

Операционная квалификация

Зная, что отдельные компоненты установки вентиляции и кондиционирования воздуха функционируют нормально, необходимо продемонстрировать, что в чистых помещениях достигаются требуемые условия. Эти испытания проводятся в пустом помещении, но может потребоваться, чтобы было установлено технологическое оборудование. Некоторые из этих испытаний проводятся только в чистых помещениях, и для их проведения может потребоваться привлечение специализированных фирм.

На этом этапе обычно выполняются следующие работы:

- Испытания, в ходе которых в помещении искусственно создаются наихудшие климатические условия, чтобы продемонстрировать, что система обеспечивает достижение необходимой температуры и влажности.
- Калибровка всего оборудования, используемого для контроля параметров среды, например:
  - устройств для измерения параметров потока;
  - датчиков давления;
  - датчиков температуры.
- Проверка перепадов давления между различными зонами.
- Проверка направления воздушных потоков. По очереди открываются все двери блока, и при помощи источника дыма контролируется направление воздушных потоков.
- Проверка целостности HEPA-фильтров. Эти испытания подробно описаны в главе 8.
- Определение концентрации частиц аэрозолей. При помощи счетчиков частиц в оснащенном помещении измеряется концентрация аэрозолей. Результаты не должны выходить за рамки проектной спецификации. Измерения проводятся при выключенном, а также, если это предусмотрено контрактом, при работающем технологическом оборудовании.

Следующие испытания проводятся реже, но также используются достаточно широко:

- Визуализация воздушных потоков в помещении. Для визуализации используется источник дыма. Можно определить движение воздуха во всем помещении, но особенно важно исследовать критическую зону, где открытый продукт контактирует с воздухом. Можно вести видеозапись этих испытаний. Можно также провести замеры скорости и направления движения воздуха.
- Определение скорости снижения концентрации аэрозолей[1]. При этом определяется скорость «очистки» воздуха в критических зонах. Проводится задымление исследуемой зоны и при помощи счетчика частиц определяется скорость снижения концентрации аэрозолей. Зная этот показатель, можно вычислить эффективную кратность воздухообмена, а также время, которое необходимо для снижения концентрации частиц до определенного уровня от исходной концентрации.

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Конечной целью строительства блока чистых помещений является создание важнейшего элемента обеспечения качества продукции в рамках общей философии надлежащей организации фармацевтического производства. Полученные в результате производственные мощности должны предотвращать загрязнение продукции, что должно подтверждаться использованием эффективных средств мониторинга.

Производственные мощности и их эксплуатация должны обеспечивать эффективный контроль загрязнений, источником которого является персонал, сырье, полупро-

[1] У авторов – «particle decay rates». В настоящее время общепринятым (включенным в стандарт ISO 14644-3) стал термин «recovery test», что соответствует «определению времени восстановления (класса чистоты после кратковременного загрязнения)» (Прим. ред.).

дукты, готовая продукция, а также необходимые для производства коммуникации, технологическое и иное оборудование. При этом стоимость и сложность решения этих задач должны быть разумными, а срок службы мощностей – достаточно продолжительным. Имеющиеся нормативные требования и требования всех участников процесса проектирования и строительства весьма сложны. Поэтому важно правильно организовать и контролировать этот процесс, чтобы в итоге приемка, квалификация и валидация производственных мощностей показала их соответствие требованиям как спецификации, так и надлежащего производства.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы благодарят за разрешение воспроизвести иллюстративные материалы компании Cyanamid Ltd. (рис. 4.3), TPC Microflow (рис. 4.7, 4.8 и 4.9), La Cahene (рис. 4.6 и 4.11), Evans Medical (рис. 4.10) и Envair Ltd. (рис. 4.12).

5

Проектирование чистых помещений для производства изделий медицинской техники

Г. ШИХТ (H. SCHICHT)

ВВЕДЕНИЕ

Понятие «изделия медицинской техники» включает в себя множество разнообразных устройств, которые используются в медицинских целях, но в процессе своего применения не воздействуют на человеческий организм посредством фармацевтических средств (медикаментов), иммунологических препаратов (вакцин) или средств, являющихся продуктами метаболизма микроорганизмов (некоторых продуктов питания и напитков). Таким образом, к изделиям медицинской техники относятся механические и электронные устройства и сопутствующие им программные продукты, которые применяются для диагностики, мониторинга, предотвращения и лечения заболеваний или различных нарушений и повреждений человеческого организма, а также механические контрацептивные средства. Близки по своим функциям к изделиям медицинской техники средства, применяемые в хирургии – например, перевязочные материалы или шовные нити.

Некоторые из изделий при выполнении своих функций не должны проникать в человеческое тело. Примером этого являются рентгеновские аппараты и электрокардиографы – два хорошо известных инструмента, используемые в диагностике. Однако многие другие изделия в процессе их применения должны проникать в человеческое тело через его естественные отверстия (нос, уши, рот и т. д.) или через кожу. Одни из них, например, шприцы или хирургические инструменты, при проникновении в тело человека взаимодействуют с ним очень короткое время. Другие, например, ортопедические имплантанты или стимуляторы сердца, могут остаться в нем навсегда.

С точки зрения контроля микрозагрязнений, внимание следует сконцентрировать на медицинских изделиях и хирургических инструментах, которые проникают в человеческое тело или взаимодействуют с открытой раной. Необходимо, чтобы они были стерильными и не вызывали инфекцию. В настоящее время очень большую долю мирового рынка изделий медицинской техники занимают именно такие стерильные про-

дукты. Стерильность, в терминологическом смысле, подразумевает полное отсутствие микроорганизмов. На практике под этим термином обычно понимается уровень обеспечения стерильности (SAL – sterility assurance level) равный 10^{-6}, что означает, что после стерилизации изделия может выжить только один микроорганизм из миллиона. При производстве медицинских изделий и хирургических принадлежностей стерильность обычно достигается путем финишной стерилизации, проводимой после упаковки продукта. Термическая стерилизация, обычно применяемая в фармацевтическом производстве, в данном случае часто невозможна, так как материалы, используемые для производства изделий медицинской техники, не выдерживают высоких температур. Вместо нее обычно используются химические (например, газовая стерилизация окисью этилена) или физические методы стерилизации (например, гамма-излучением или электронным пучком).

АРГУМЕНТЫ В ПОЛЬЗУ НЕОБХОДИМОСТИ КОНТРОЛЯ МИКРОЗАГРЯЗНЕНИЙ

Для медицинских изделий, предназначенных для проникновения в тело человека через кожу, одной стерильности недостаточно. Помимо этого, поверхность изделий должна быть свободна от частиц, которые могут оказывать нежелательное воздействие на человеческий организм. Кроме того, на их поверхности не должно быть мертвых микроорганизмов и продуктов их метаболизма, обладающих пирогенным действием. Более того, чтобы достичь высокого уровня безопасности при стерилизации медицинской техники, необходимо обеспечить низкий начальный уровень биологической нагрузки, т. е. малое число живых микроорганизмов на поверхности изделия или внутри него перед стерилизацией является необходимой предпосылкой.

Приведенное выше сочетание требований является очевидным аргументом в пользу необходимости применения технологии чистоты и практики контроля микрозагрязнений при производстве стерильных изделий медицинской техники и хирургических принадлежностей, в том числе при производстве их компонентов, сборке, испытаниях и при упаковке. И действительно, по самым приблизительным оценкам около 40% всего объема современного мирового рынка изделий медицинской техники и хирургических принадлежностей производится в условиях чистых помещений.

ФИЛОСОФИЯ СИСТЕМЫ КАЧЕСТВА

Поскольку изделия медицинской техники и хирургические принадлежности относятся к продукции, влияющей на здоровье людей, их производство строго регулируется государством. При этом явно прослеживается достойный одобрения системный подход, основанный на философии управления качеством и обеспечения качества (quality management and quality assurance). Отправной точкой является применение стандартов серии ISO 9000 – общепринятых международных стандартов для системы менеджмента качества. Европейский стандарт EN 46001, действующий в странах Европейского Сообщества, представляет собой первый уровень интерпретации того, как следует применять философию стандартов серии ISO 9000 к специфическим условиям производства изделий медицинской техники. Применение стандарта EN 46001 в комбинации с ISO 9000 охватывает все принципы GMP (Good Manufacturing Practices). Другим, еще более детальным руководящим документом, составленным с учетом GMP, является так

называемое «Голубое Руководство» (Blue Guide), изданное Британским министерством здравоохранения под названием «Системы качества для стерильных изделий медицинской техники и хирургических изделий – 1990 Надлежащая практика производства» (*Quality Systems for Sterile Medical Devices and Surgical Products – 1990 Good Manufacturing Practice*) (HMSO, London). Это руководство имеет структуру, подобную ISO 9000, и воспроизводит в каждой главе и в подразделах сначала соответствующий текст из ISO 9001 (курсивом), а затем специфические требования и рекомендации, относящиеся к указанной сфере производства.

В США при производстве изделий медицинского назначения руководствуются документом, имеющим статус федерального закона (Federal Regulation 21 CFR part 820 *Good Manufacturing Practice for Medical Device: General*) и называемым «Надлежащая производственная практика для изделий медицинской техники. Общие положения». Он был разработан Американской администрацией по пищевым продуктам и лекарственным средствам (Food and Drug Administration – FDA) и опубликован в 1978 г. В настоящее время этот документ находится в стадии пересмотра, который состоит в согласовании его текста с требованиями стандартов серии ISO 9000. Также предполагается, что его новая редакция будет соответствовать требованиям стандарта ISO 13485 «Система качества – Медицинские средства – Особые требования к применению стандарта ISO 9001» («Quality systems – Medical devices – Particular requirements for the application of ISO 9001»). Поскольку стандарт ISO 13485 следует философии, которая применена в стандарте EN 46001, делается важный шаг по пути международной гармонизации стандартов качества, используемых в производстве изделий медицинской техники и хирургических принадлежностей. Это представляет собой существенную выгоду для индустрии, которая производит изделия для высокоспециализированных рынков, распределенных по всему миру.

ТРЕБОВАНИЯ К ЧИСТОТЕ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЫ

Требования к чистоте воздушной среды в производственных помещениях, где выпускается медицинская техника, неизбежно должны отражать чрезвычайно большое разнообразие производимых изделий. Эти изделия предназначены для самых разных целей, имеют различную форму и размеры, для их производства используются различные материалы и технологические приемы, время их нахождения в атмосфере производственных помещений также различается. Некоторые из них, например, шприцы и перевязочные материалы, просты и производятся с помощью полностью автоматизированных методов. Другие представляют собой очень сложные устройства, например, микрохирургические зонды, используемые в некоторых областях современной хирургии, или стимуляторы сердца. Существуют изделия, например, протеиновые шовные нити, которые выпускаются с использованием исключительно сложного для переработки материала и должны упаковываться вручную (эти нити рассасываются в организме после того, как выполнили свою функцию). По этой причине стандарты и руководства, определяющие требования к уровням чистоты воздуха, которые необходимо поддерживать в помещениях для производства и сборки этих изделий, избегают чрезмерной детализации и являются достаточно общими. Например, европейский стандарт EN 46001:1993 просто указывает, что «поставщик должен установить и документировать требования к воздушной среде, в которой находится выпускаемое изделие». Даже руководство по GMP не сообщает ничего кроме подобных рекомендаций. «Голубое Руководство»,

например, констатирует: «В этом руководстве не делается попытка определить класс чистоты помещения, которое следует использовать для производства. Чистота воздуха должна быть определена для каждого типа производственной зоны и будет зависеть от вида выполняемых в ней работ, от вида продукции, от степени переработки и продолжительности нахождения изделия в атмосфере этой зоны. Внутри таких производственных зон может быть желательным использовать локально изолированные рабочие места, на которые подается более чистый воздух». В упоминавшемся выше американском документе 21 CFR, part 820 содержатся еще более общие требования.

Основываясь на такой философии, приемлемая чистота воздуха определяется с помощью анализа риска. Анализ риска принимает во внимание такие факторы, как время нахождения изделия и его компонентов в атмосфере чистого помещения, а также характер и степень человеческого воздействия на изделие в процессе его изготовления, сборки и испытания. Учитывается также эффективность заключительных процедур очистки и дезинфекции, выполняемых после сборки. Инспекция, со своей стороны, будет оценивать как степень обоснованности всех аргументов, используемых при определении приемлемой чистоты воздуха, так и качество доказательств, представленных для подтверждения выбранных значений.

Для производства изделий медицинской техники и хирургических принадлежностей, подвергающихся стерилизации на заключительном этапе производства, достаточным является уровень чистоты воздуха, соответствующий, как правило, классам 10 000 или 100 000 (классам ИСО 7 и 8). При этом может допускаться ограниченная биологическая нагрузка на поверхности изделий перед их стерилизацией.

Однако, если финишная стерилизация после производства и сборки не допускается, то необходимо предпринять чрезвычайные меры предосторожности, чтобы избежать загрязнения продукции жизнеспособными микроорганизмами. При таких обстоятельствах в критической рабочей зоне обычно поддерживается уровень чистоты воздуха, соответствующий классу 100 (класс ИСО 5), а в окружающих производственных помещениях с контролируемыми параметрами воздушной среды – классу 10 000 (класс ИСО 7). Эти параметры в основном соответствуют условиям, которые характерны для асептических процессов в фармацевтической промышленности. При этом правилом является строгая изоляция критических технологических операций от персонала. Напротив, при производстве медицинской техники для выполнения многих тонких операций по сборке и упаковке очень сложных и трудоемких в изготовлении изделий требуется ручной труд опытных и хорошо обученных операторов, которых все еще (по крайней мере, в настоящее время) нельзя заменить промышленными роботами. Необходимость исключительно высокой мотивации выпуска качественной и безопасной продукции, дисциплины и ответственности, которые требуются от персонала при сборке медицинских изделий – все это должно приниматься во внимание системой менеджмента качества на предприятиях этой отрасли промышленности.

КОНФИГУРАЦИИ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Из-за большого разнообразия продукции и технологических операций при производстве медицинских изделий невозможно выбрать наиболее предпочтительные проекты чистых помещений для этой отрасли промышленности. Концепции чистых помещений неминуемо сильно различаются, так как они разрабатываются индивидуально для каждой конкретной области применения. Тем не менее, ниже будет представлено нес-

колько типичных примеров, которые проиллюстрируют некоторые из многих возможных вариантов, используемых при решении задач контроля микрозагрязнений и позволяющих решить поставленную задачу не только эффективно, но и экономично (Schicht, 1994).

Иглы и канюли для инъекций

Производство игл и канюль для инъекций – это пример полностью автоматизированного производственного процесса, на котором используется оборудование, специально не предназначенное ни для производства изделий медицинской техники, ни для работы в чистой воздушной среде (Frei, 1993). Литьевые машины для производства компонентов инъекционных игл и канюль размещены в изолированных чистых зонах с классом чистоты 1000 (класс ИСО 6), которые, в свою очередь, расположены в зале с чистотой воздуха, соответствующей классу чистоты 100 000 (класс ИСО 8). На рис. 5.1 показана одна из таких зон, отделенная от окружающего пространства пластиковыми завесами. Отверстие, через которое подается приточный воздух, расположено непосредственно над литьевой машиной. Концы завес размещены на 10 см выше уровня пола, что позволяет чистому воздуху выходить наружу. Благодаря этому в окружающем пространстве поддерживается класс чистоты 100 000 (класс ИСО 8), являющийся, таким образом, своеобразным побочным эффектом, не требующим дополнительных затрат. Сборка компонентов канюли в окончательное изделие также полностью автоматизирована и осуществляется в примыкающем чистом помещении класса 10 000 (класс ИСО 7), выполненном по такой же концепции. При этом биологическая нагрузка на поверхности



Рис. 5.1. Турбулентно вентилируемое чистое помещение для производства компонентов инъекционных канюль с использованием литьевой машины (с разрешения Disetronic Ltd., Burgdorf, Switzerland)

изделия перед окончательной стерилизацией чрезвычайно низка в силу того, что на протяжении всего производственного процесса вмешательство человека строго ограничено.

Электрокардиостимуляторы

Электрокардиостимулятор (водитель сердечного ритма) – это прекрасный пример чрезвычайно сложного микроэлектронного устройства, которое должно удовлетворять специфическим критериям как надежности, так и долговечности. По этой причине электронные схемы должны быть защищены от риска возникновения неисправности, которая может быть вызвана либо микрозагрязнениями, либо действием коррозии. Следовательно, как производство компонентов, так и процесс сборки устройства должны производиться в условиях чистых помещений, удовлетворяющих высоким уровням чистоты воздушной среды, и с использованием производственных процессов, сопровождающихся минимальной генерацией частиц. При производстве такой продукции должно обеспечиваться отсутствие частиц любого типа, а не только жизнеспособных микроорганизмов. В качестве специальных мер для предотвращения риска коррозии было описано применение производственных процедур вакуумной сушки микроэлектронной схемы с полностью автоматизированной окончательной сборкой изделия в изоляторе с атмосферой азота и относительной влажностью менее 1% (Perrenoud, 1993). После сборки электрокардиостимуляторы герметически запаиваются в упаковку с помощью лазерной сварки, осуществляемой в атмосфере гелия.

На рис. 5.2 показана сборка и выполняемое с помощью компьютера дистанционное электрическое тестирование электронных модулей кардиостимулятора. Рисунок хорошо демонстрирует использование как концепции изоляторов на линиях запайки собранного изделия, так и перчаточных портов для воздействия на технологический процесс руками операторов. В изоляторах, используемых для сборки изделий и для их инспекционного контроля, поддерживается чистота воздушной среды, соответствующая классу 100 (класс ИСО 5), при этом чистота воздушной среды в окружающих помещениях соответствует классу 1000 (класс ИСО 6). Кроме того, в этом производстве применяются все обычные дополнительные меры предосторожности, например, специальная одежда для персонала чистых помещений, а также использование воздушных шлюзов для перехода персонала и передачи материалов в критические зоны.

Биопротезы аорты

Приготовление трансплантантов сердечного клапана из ткани животных является подходящим примером изделий медицинской техники, для которых требуется проведение работ в асептических условиях. Так как эти изделия не могут быть подвергнуты заключительной стерилизации, то следует принимать меры, необходимые для того, чтобы избежать микробного загрязнения на всех стадиях процесса производства. На рис. 5.3 показано чистое помещение, которое используется для этой цели. Рабочее место, на котором тканевый материал превращается в конечный продукт путем операций ручной сшивки, должно быть обеспечено воздухом, чистота которого соответствует классу 100 (класс ИСО 5), тогда как в окружающем пространстве поддерживается чистота воздуха, соответствующая классу 10 000 (класс ИСО 7). При использовании такой производственной операции, зависящей от ручного труда, особое внимание должно быть уделено распространению микроорганизмов от тел операторов, которое не может быть полностью предотвращено даже при использовании самой лучшей спецодежды для чистых поме-



Рис. 5.2. Сборка электрокардиостимуляторов в изоляторе с атмосферой инертного газа с рабочими зонами для дальнейшей обработки и инспекционного контроля. Чистота воздуха соответствует классу 100 (класс ИСО 5) и поддерживается с помощью вертикального однонаправленного потока воздуха (с разрешения Sulzer Intermediates S.A., Le Locle, Switzerland)



Рис. 5.3. Чистое помещение, оснащенное рабочими местами с горизонтальным однонаправленным потоком воздуха для производства трансплантантов сердечного клапана из тканей аорты свиньи (с разрешения Baxter Edwards Ltd., Horw, Switzerland)

щений. Следовательно, как показано на рис. 5.4, следует использовать рабочее место с *горизонтальным ламинарным потоком воздуха*. Воздух, *прошедший* через HEPA-фильтр, направляется горизонтально на оператора, при этом все микроорганизмы уносятся этим потоком из критической рабочей зоны в окружающее пространство за спиной оператора, где они уже не могут причинить вред. Частая дезинфекционная обработка рабочей зоны и мониторинг числа частиц в воздушной среде ламинарного бокса в процессе его работы вносят важный вклад в обеспечение качества при выполнении столь деликатной производственной операции.



Рис. 5.4. Ручные сшивные операции – характерная особенность производства трансплантантов сердечного клапана из тканей животных (с разрешения Baxter Edwards Ltd., Horw, Switzerland)

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Представленные выше примеры иллюстрируют индивидуальный подход, применимый к созданию проектов чистых помещений, используемых для производства изделий медицинской техники и хирургических принадлежностей. Каждый пример характеризуется определением индивидуальных требований к чистоте воздуха в рабочей зоне и индивидуальным подходом к оценке риска в каждой специфической ситуации. Однако все рассмотренные примеры имеют одну общую особенность: последовательное повышение класса чистоты воздуха от зон с контролируемой производственной средой к чистым зонам, в которых выполняются критические технологические процессы. Таким образом, обеспечивается эффективное и экономичное соответствие чистых помещений предварительно определенным критериям их работоспособности.

ЛИТЕРАТУРА

International Standard ISO 13485 «Quality systems – Medical devices – Particular requirements for the application of ISO 9001», International Organization for Standardization, Geneva (Dec. 1996).

European Standard EN 46001 (1993) «Quality systems – Medical devices – Particular requirements for the application of EN ISO 9001», European Committee for Standardization, Bruxelles.

Federal Regulation 21 CFR 820 *Good Manufacturing Practice for Medical Devices: General.* U.S Government Printing Office, Washington.

Frei, Th. (1993). «Zum Einsatz von Kunststoffspritzgiessmaschinen und montageautomation im Reinraum bei herstellung von Injektionskanulen» (The application of injectionmoulding machinery and automated assembly in cleanrooms during injection cannula production), Swiss Med., **8**–S. 21–24.

Perrenoud, J.J. (1993). «Assurance qualite et technique des salles propres la pratique industrielle-Les stimulateurs cardiaques comme cas pratique de la technique medicale» (Quality assurance and cleanroom technology in industrial practice-Heart pacemakers as example from medical device technology), Swiss Med., **8**–S. 25–26.

Schicht, H. H. (1994). «The use of cleanroom technology in medical device manufacturing: A tool in the service of quality», *Medical Device Technology*, **5**, 2, 22–26 (part I); **5**, 4, 18–22 (part II).

6

Средства защиты от загрязнений в биотехнологической промышленности

П. ТУБИТО И Т. ЛАТАМ (P. J. TUBITO AND T. J. LATHAM)

ВВЕДЕНИЕ

Развитие современной биотехнологии приходится на конец семидесятых годов и связано с промышленным применением достижений молекулярной биологии и биологии клетки. Она строилась с использованием оборудования, получившего развитие в таких традиционных отраслях биотехнологии, как производство антибиотиков и вакцин, которые использовали свойства встречающихся в природе микроорганизмов. Современная биотехнология могла «создать» новые микроорганизмы, используя методы генной инженерии. Возможность «утечки» этих новых рекомбинантных микроорганизмов из лаборатории во внешнюю окружающую среду стала предметом беспокойства как ученых, так и общественности. Поэтому с самых первых шагов считалось необходимым при проектировании и эксплуатации современных биотехнологических производств рассматривать вопросы биологической безопасности.

Традиционная биотехнология используется во многих отраслях промышленности, включая производство пищевых продуктов и биодобавок, пивоварение, крупнотоннажный выпуск таких химических веществ, как ацетон, а также фармацевтическое производство антибиотиков, стероидов, витаминов, вакцин и многих других лекарственных препаратов. Первоначально ожидалось, что достижения генной инженерии будут широко использоваться во всех перечисленных отраслях, однако в самом конце 20 века величайший и широчайший всплеск применения этих достижений произошел только в фармацевтической индустрии. Поскольку большинство биофармацевтических препаратов предназначалось для инъекционного применения, то, следовательно, они должны были быть стерильны. В результате производственные помещения должны были удовлетворять двум различным классам требований: биологической безопасности и асептики. Эти помещения должны были, с одной стороны, предотвратить проникновение рекомбинантных микроорганизмов в окружающую среду, а с другой – защитить саму готовую продукцию от загрязнения посторонними микроорганизмами или частицами. Зачастую, чтобы получить работоспособное помещение, приходилось искать решение

конфликтных ситуаций между потребностями практики и требованиями действующих нормативных документов.

Целью этой главы является описание средств, применяемых на фармацевтических предприятиях для локализации биологических загрязнений. Для начала необходимо дать описание типичных средств и процессов, применяемых в биотехнологии. Поскольку в главе 4 уже описано влияние требований GMP на чистые помещения, используемые в фармацевтических производствах, мы сосредоточим наше внимание в основном на принципах биологической безопасности и на их интеграции с требованиями GMP.

БИОТЕХНОЛОГИЯ КАК ОТРАСЛЬ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Шел только 1973 г., когда фрагменты чужеродного ДНК впервые были функционально внедрены в структуру клетки. Этот научный прорыв продемонстрировал, что возможно селективное и продуманное вмешательство в наследственный код живой клетки. Рекомбинантная ДНК делает возможным так модифицировать клетку, что она становится способной производить желательный продукт. Например, с помощью этого метода удалось за счет изменения генетического строения клетки бактерий синтезировать гормон роста человека. До этого изобретения его получали в ограниченных количествах только из гипофиза умерших людей. В подобных случаях этот гормон мог быть потенциально загрязнен вирусами, содержавшимися в организме – источнике; в частности, проблемой являлся вирус Крейтцфелдта-Якоба. Этот пример иллюстрирует одно из преимуществ биофармацевтических продуктов – отсутствие загрязнения такими вирусами, как вирусы гепатита или ВИЧ-инфекции. Другое преимущество – возможность производить большие количества белков человека, что недостижимо при использовании других методов.

Технология получения моноклональных антител, использующая защитный продукт, вырабатываемый клетками, производящими антитела, а также раковыми клетками, называемыми гибридомами, была разработана в 1975 году. Гибридомы могли быть сконструированы таким образом, чтобы производить моноклональные антитела в больших количествах, и в настоящее время эта технология применяется для производства белков, используемых для диагностических и терапевтических целей.

Первыми продуктами, полученными с помощью этих новых методов и разрешенными к применению государственными регулирующими органами, были человеческий инсулин в 1982 г. и гормон роста человека в 1985 г. Вскоре за ними последовали интерферон и вакцина гепатита В (1986 г.), активатор плазминогена тканей (1987 г.), интерлейкин 2 (1988 г.) и эртропротеин (1989 г.). Все вышеперечисленные фармацевтические препараты производились для использования в качестве инъекционных средств. В последующие годы появились новые продукты. В настоящее время разработано и находится на стадии клинических испытаний более 150 биофармацевтических препаратов, использующих рекомбинантные белки.

БИОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ

Прежде чем обсуждать принципы биологической безопасности, необходимо описать характер технологических процессов, применяемых в биофармацевтическом производстве. Они будут, конечно, различаться в зависимости от вида продукта, микроорганизма-продуцента, масштаба производства, назначения продукта и его дозировки.

Однако типичные методы и технологические операции, используемые в широком спектре биофармацевтических производств, существенно отличаются от тех, которые применяются при получении химически синтезированных фармацевтических препаратов.

В целом технологические процессы биофармацевтических производств могут быть разделены на четыре основных стадии: приготовление питательной среды, культивирование микроорганизмов, выделение и очистка продукта и финишные технологические операции. Они показаны на рис. 6.1.



Рис. 6.1. Этапы биотехнологических процессов

Приготовление питательной среды

Стадия приготовления питательной среды включает в себя дозирование и взвешивание компонентов питательной среды, которые могут находиться в твердом или жидком виде, собственно приготовление питательной среды и ее последующую стерилизацию. Если в качестве микроорганизма-продуцента используются дрожжи, грибы или бактерии, то большинство компонентов питательной среды являются твердыми веществами. Обычно они включают в себя углеводороды, например, декстрозу или сахарозу, источник азота, например, дрожжевой экстракт, а также небольшие количества веществ, являющихся источниками витаминов, минералов и факторов роста. Процессы, использующие животные клетки и гибридомы, предъявляют к питательной среде более жесткие требования. В большинстве случаев она представляет собой белковый раствор, основным компонентом которого часто является плазма бычьей крови. Такая питательная среда может поставляться либо в жидкой, либо в порошкообразной форме.

Природа питательной среды и входящих в нее компонентов предъявляет особые требования к производственным помещениям для приготовления питательной среды. Обычно в них размещаются средства для взвешивания твердых компонентов и объемного дозирования жидких, а также для их смешения и растворения. В эти помещения

также подводится очищенная вода. Приготовленная питательная среда подвергается процессу стерилизации. В настоящее время чаще всего эта операция осуществляется с помощью стерилизующей фильтрации, но в ряде случаев и методом тепловой стерилизации, в частности, в том случае, когда питательная среда содержит нерастворимые твердые частицы.

Наличие технологических операций с порошкообразными материалами требует применения средств обработки воздушной среды производственных помещений, способных, с одной стороны, защитить оператора, а с другой, предотвратить перекрестное загрязнение. Для этого могут использоваться обычные вытяжные вентиляционные системы, предназначенные для удаления пыли, или вытяжные зонты. В крупномасштабном производстве также очень популярно применение специальных кабин с однонаправленным нисходящим потоком воздуха. Там, где для производства биофармацевтических продуктов применяются стандарты GMP, в целях предотвращения загрязнения питательной среды посторонними материалами процесс приготовления питательной среды ведут в чистых помещениях, обычно класса 10 000.

Поскольку культуры промышленных микроорганизмов еще не участвуют в производственном процессе, средства биологической безопасности в помещениях для приготовления питательной среды не применяются.

Культивирование микроорганизмов

Культивирование (ферментация) – это процесс, во время которого микроорганизмы растут (увеличивают свою численность) и превращают компоненты питательной среды в целевой продукт. В качестве микроорганизмов могут использоваться дрожжи, грибы или бактерии. В том случае, когда в качестве организмов-продуцентов используются клетки животных или гибридомы, говорят о культуре клеток. Одно из требований к процессу культивирования состоит в обеспечении микроорганизмов или культуры клеток условиями, благоприятными для их оптимального роста и образования продукта. Это требование реализуется с помощью биореактора (ферментера). Это закрытый сосуд, который стерилизуется паром, и в который подается стерильная питательная среда. Эта среда затем асептически засевается производственными микроорганизмами. Биореактор позволяет поддерживать в заданных пределах такие параметры ферментируемой питательной среды (культуральной жидкости), как температура, pH, содержание растворенного кислорода и другие. Он также обеспечивает асептические условия культивирования, благодаря чему на протяжении этого этапа производства поддерживается чистая культура микроорганизмов-продуцентов.

Имеется множество конструкций биореакторов, но, в основном, они представляют собой сосуды, снабженные перемешивающим устройством и рубашкой, и изготовленные из нержавеющей стали. Для биофармацевтических производств обычно применяются ферментеры объемом от 1 000 до 50 000 литров. Они снабжены сложной аппаратурой и системами управления. Типичный пример ферментера показан на рис. 6.2. Поддержание асептических условий и выполнение мер по обеспечению биологической безопасности при культивировании опасных микроорганизмов требует специальных усилий ввиду большого числа опасных (с точки зрения возможных утечек) мест. В первую очередь к ним относятся система очистки отработанного воздуха, система уплотнения вала мешалки, уплотнительные прокладки в клапанах, трубных или фланцевых соединениях.

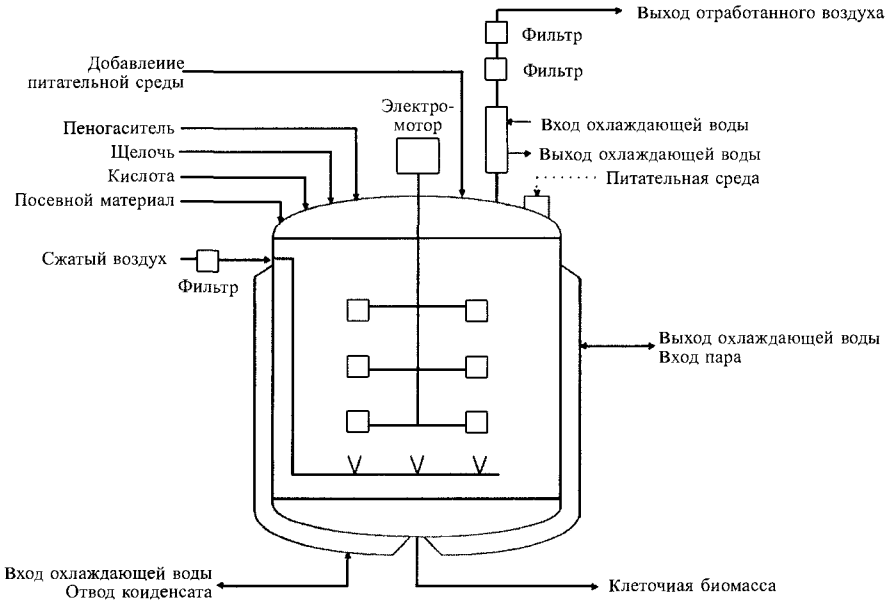


Рис. 6.2. Схема ферментера для суспензионного культивирования

Выделение и очистка

Во многих биотехнологических производствах живые микроорганизмы к концу процесса культивирования выполняют свою полезную роль и после этого должны быть убиты. Это достигается химической или тепловой обработкой содержимого биореактора, либо путем фильтрации культуральной жидкости при ее удалении из аппарата. В таких случаях меры обеспечения биологической безопасности при выполнении последующих технологических операций могут и не потребоваться.

В любом случае предпочтительнее удерживать микроорганизмы внутри биореактора. Однако существует множество примеров, когда должны применяться меры биологической безопасности, в том числе и на стадии выделения и очистки продукта. Это может происходить в силу того, что клетки нежелательно убивать из-за потенциальной опасности потерять при этом продукт или из-за резкого падения эффективности последующих технологических операций. В некоторых случаях даже убитые клетки имеют потенциально высокий токсический эффект. Эта ситуация наблюдается в вакцинных производствах при выпуске антигенных токсинов. Было обнаружено, что даже относительно безвредные микроорганизмы, используемые при производстве ферментов, применяемых в качестве биодобавок в синтетических моющих средствах, способны вызывать опасную иммунную реакцию у производственного персонала.

Типичное технологическое оборудование, применяемое для выделения и очистки белков, представлено в таблице 6.1. Начальные этапы процесса выделения зависят от того, является ли продукт внутриклеточным (произведен и удерживается внутри клетки) или внеклеточным (выделяется клеткой в культуральную жидкость). Если рекомбинантный микроорганизм не убит в биореакторе, то первые технологические операции на стадии выделения должны выполняться с соблюдением мер биологической безопасности.

Таблица 6.1. Технологическое оборудование для выделения и очистки белков

Функция процесса	Технологическое оборудование
Выделение клеток из жидкости	Центробежные сепараторы, установки культуральной микрофильтрации в тангенциальном потоке
Разрушение клеток (лизис)	Гомогенизаторы, шаровые мельницы
Отделение клеточных стенок от внутриклеточного содержимого	Центробежные сепараторы, установки микрофильтрации в тангенциальном потоке
Грубая очистка	Осаждение (с помощью соли, растворителей, скачка pH)
Тонкая очистка	Препаративная хроматография
Концентрирование продукта	Ультрафильтрация (УФ)
Обессоливание	УФ, гель-фильтрационная хроматография
Разделение в центробежном поле	Чашечные центрифуги, центробежные сепараторы
Стерилизация	Фильтры с размером пор 0,22 мкм

В крупномасштабных ферментационных производствах, в которых при культивировании рекомбинантных микроорганизмов получают внутриклеточный продукт, отделение клеток от культуральной жидкости, как правило, выполняют на центробежных сепараторах. Затем отделенные клетки разрушают (подвергают лизису) в гомогенизаторах или шаровых мельницах с тем, чтобы высвободить внутриклеточный продукт. Последующие технологические операции выбираются в зависимости от свойств продукта и от вида загрязняющих его молекул, которые попали в него либо из культуральной жидкости, либо образовались на стадии разрушения клеток. Целью начальных технологических операций, применяемых на стадии выделения, является высокая эффективность процесса выделения внутриклеточного белкового продукта с максимальным удалением из него нежелательного материала. При этом желательно уменьшить объем обрабатываемой жидкой среды.

Подробное рассмотрение разнообразных технологических операций по выделению и очистке продукта не является предметом этой главы. Однако будет полезно дать описание тех технологических процессов, где часто необходимо применять меры биологической безопасности. Это в основном касается первых шагов по выделению продукта после ферментации, когда в обрабатываемой среде все еще могут содержаться живые или мертвые клетки, либо значительные количества вредных примесей.

Центрифугирование. Центробежные сепараторы чаще всего применяются для отделения клеток от культуральной жидкости. Обычно используются машины, которые способны в непрерывном режиме осуществлять процесс сепарации и выгрузку пастообразного концентрата, состоящего из сконцентрированных клеток. В этом случае центрифугирование культуральной жидкости из любого отдельно взятого ферментера выполняется как непрерывный процесс. Машины, применяемые для технологических операций с использованием мер биологической безопасности, оснащаются мембранными фильтрами с размером пор 0,22 мкм, для того чтобы предотвратить возможность генерации аэрозолей из патрубков, обеспечивающих вентилирование сепарационных камер.

Они также снабжаются приспособлениями для паровой стерилизации, позволяющими в конце технологического процесса разделения произвести обеззараживание центрифуги.

Иногда для отделения клеток используются и стаканочные центрифуги, но чаще всего они применяются для отделения посторонних белковых включений (твердых белковых агрегатов, образовавшихся внутри бактериальных клеток). В этом случае применение мер биологической безопасности затруднено, т. к. эти машины в процессе работы выделяют аэрозоли через уплотнение вала ротора. Кроме этого, они содержат микробные клетки в стакане, который должен быть извлечен из ротора в конце операции центрифугирования с тем, чтобы отделить продукт. Таким образом, стаканочные центрифуги не рекомендуются для технологических операций с использованием мер биологической безопасности. Но при необходимости их можно помещать в изоляторы со стенками из гибкой пленки, препятствующими распространению аэрозоля, а выемка стаканов может быть поручена оператору, снабженному средствами индивидуальной защиты органов дыхания.

Гомогенизация Гомогенизаторы осуществляют разрушение клеток при пропускании сжатой до высокого давления культуральной жидкости через специальный редуцирующий клапан. Культуральная жидкость может подвергаться многократной циркуляции через гомогенизатор, с тем чтобы при каждом проходе получать все большее количество внутриклеточного белка. При этом она должна непрерывно охлаждаться, чтобы отводить тепло, выделяемое насосом при ее сжатии. Исследования показывают, что при работе гомогенизаторов образуются аэрозоли, содержащие фрагменты клеток. Следовательно, меры биологической безопасности требуют, чтобы эти машины полностью размещались в изоляторе. Разработаны также методы обеззараживания гомогенизаторов с помощью пара после завершения процесса их использования. Внутренние поверхности изолятора также должны быть обеззаражены перед входом в него оператора. Для этого могут быть использованы парообразные формы дезинфектантов, например, формалин, надуксусная кислота или перекись водорода.

Микрофильтрация Отделение клеток от культуральной жидкости может быть осуществлено с помощью микрофильтрационных установок, в которых используются мембраны, изготовленные из разнообразных материалов, включая керамику и фторопласт. Эти мембраны могут применяться в виде плоских, трубчатых или спиралевидных картриджей. Фильтрация осуществляется при относительно низких давлениях. На мембране культуральная жидкость разделяется на концентрат, содержащий клетки, и пермеат. Имеется всего несколько видов мембран, способных выдерживать стерилизацию паром. Однако для обеззараживания мембран, не выдерживающих паровую стерилизацию, может использоваться химическая дезинфекция. Типичными дезинфектантами, применяемыми в этом случае, являются надуксусная кислота, перекись водорода и щелочные растворы.

Финишные технологические операции

На участке финишной обработки выполняются операции по окончательному приготовлению лекарственного препарата, а также его упаковка. Стерильные препараты производятся точно так же, как и обычные стерильные лекарственные средства (см. главу 4). В таблице 6.2 приведены некоторые типичные технологические операции, выполняемые на финишном производственном участке.

Таблица 6.2. Технологические операции, выполняемые на участке финишной переработки белковых продуктов

Финишный технологический процесс	Технологическая операция
Приготовление растворов	Укупорка
Стерильная фильтрация	Лиофилизация (сублимационная сушка)
Заключительная стерилизация	Контроль (inspection)
Приготовление компонентов	Этикетирование/маркировка
Асептическое наполнение	Упаковка

На этой стадии редко приходится встречаться с требованием применения мер биологической безопасности. Однако некоторые виды защиты обычно необходимо применять для предотвращения контакта оператора с биологически активными веществами. Потребность защитить продукт от посторонних загрязнений требует применения средств, которые одновременно способны обеспечить необходимый уровень биологической безопасности. Это накладывает значительный отпечаток на конструкцию производственных помещений, в частности, тех, где осуществляется выполнение финишных операций по приготовлению стерильных лекарственных форм.

Государственные регулирующие органы предпочитают, чтобы асептическое наполнение/дозирование осуществлялось в специальном здании, расположенном отдельно от производственных корпусов, в которых применяются меры биологической безопасности. Если это не выполнимо по причинам высокой стоимости или ограниченности пространства, то участок асептического наполнения может быть изолирован от расположенных в этом же здании производственных помещений, в которых применяются меры биологической защиты. В этом случае они должны иметь отдельные маршруты для доступа, оснащаться собственными вентиляционными системами, отдельным производственным оборудованием, технологическими средами и посудой.

Технологические среды

Технологические среды, способные потенциально контактировать с производственными потоками, содержащими биофармацевтический продукт, должны быть такого качества, чтобы предотвратить или минимизировать его загрязнение. Следовательно, те среды, которые поступают в технологическое оборудование, например, сжатый воздух, стерилизующий пар, вода, должны подаваться в очищенном виде.

Согласно стандартам GMP в биофармацевтических производствах не разрешено применять неочищенную воду. Как минимум, вода должна подвергаться многоступенчатой очистке, обеспечивающей определенное ее качество по химическим и микробиологическим показателям. Обычно требуется вода фармацевтического качества. Американская и Европейская Фармакопеи определяют стандарты для воды очищенной (ВО) и воды для инъекций (ВДИ). Последняя имеет более высокий стандарт качества и применяется на заключительных стадиях в производстве парентеральных лекарственных средств. ВО обычно производится с помощью нескольких последовательных методов

очистки, которые могут включать в себя фильтрацию через слой активированного угля, умягчение, деионизацию и мембранные методы очистки. ВДИ обычно производится дистилляцией, хотя в США также применяется обратный осмос, а в Японии разрешено применение ультрафильтрации. ВО может распределяться по системам трубопроводов, которые должны быть спроектированы с учетом возможности санитарной обработки и выполнены из труб, изготовленных из пластика или нержавеющей стали. ВДИ всегда распределяется по системам, выполненным из труб, изготовленных из нержавеющей стали и спроектированных с учетом использования паровой стерилизации. В обоих случаях системы трубопроводов проектируются в виде петли рециркуляции, с тем чтобы снизить рост микроорганизмов, вызывающий загрязнение воды. Для ВДИ циркуляция в петле часто осуществляется в горячем состоянии (при температуре воды 60 – 80 °С), чтобы в дальнейшем снизить вероятность роста микроорганизмов.

Пар очень часто подается в технологическое оборудование для осуществления процесса паровой стерилизации. Любые загрязнения, содержащиеся в паре, могут остаться в оборудовании и загрязнить фармацевтический продукт. Поэтому для паровой стерилизации должен использоваться пар, свободный от загрязнений. Такой пар обычно называют «очищенный пар». Обычный промышленный пар, например, используемый для нагрева в системах воздухоподготовки, содержит в себе добавки, необходимые для предотвращения образования накипи и коррозии. Однако они не должны содержаться в воде, используемой для получения очищенного пара, поскольку попадут в него. Поэтому питающая вода обычно подвергается обработке для удаления химических веществ, способных вызвать коррозию и образование накипи, а парогенераторы изготавливают из нержавеющей стали для придания им большей стойкости к коррозии. Питающая вода может быть умягченной, деионизованной или водой очищенной и иметь высокое микробиологическое качество. Качество очищенного пара обычно определяют по качеству конденсата, которое должно быть эквивалентно показателям фармацевтического качества воды, используемой на этом производстве. Очищенный пар, который дает конденсат, соответствующий по своему качеству ВДИ, часто называют «чистый пар».

Часто в технологическое оборудование подают воздух, а иногда и другие газы (азот, CO_2, кислород), например, для обеспечения роста микроорганизмов, перемещения жидкости из одной емкости в другую или для осушки оборудования после мойки. Обычно эти газы стерилизуются методом фильтрации через фильтры с размером пор 0,22 мкм до того, как будут поданы в производственное помещение. После фильтрации они распределяются по стерилизуемым паром трубопроводам, изготовленным из нержавеющей стали, к точкам их использования. Если воздух подается не из баллонов, а с помощью компрессора, то могут понадобиться специальные меры, чтобы предотвратить его загрязнение. Можно использовать безмасляный компрессор, но и он не защитит от углеводородных загрязнений, содержащихся в атмосферном воздухе. Возможно, наилучшим решением будет применение обычных компрессоров с масляной смазкой, после которых устанавливаются соответствующие фильтры. Такие системы более надежны, более экономичны с точки зрения потребления энергии и дешевле, чем системы с безмасляными компрессорами. Более того, они могут быть спроектированы с учетом загрязнений, содержащихся в атмосферном воздухе.

Могут быть определенные случаи, когда другие технологические среды должны подвергаться очистке с тем, чтобы не вызвать загрязнение чистых помещений. Например, содержащий масло воздух, используемый для привода диафрагменных насосов,

должен подаваться по трубам, расположенным за пределами чистого помещения, иначе около этих насосов быстро появится масляная пленка.

БИОЛОГИЧЕСКАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Биологическая безопасность была предметом заботы микробиологов за много лет до разработки методов получения рекомбинантной ДНК. Она требовалась при работе с потенциально опасными микроорганизмами, с которыми можно было встретиться в процессе научных исследований, при медицинской диагностике, в производстве вакцин и в ряде других случаев. Приход генной инженерии сопровождался опасением, что новые «ненатуральные» микроорганизмы могут попасть в окружающую среду и вызвать непредсказуемый эффект. Обеспечение биологической безопасности было предписано работам с рекомбинантными микроорганизмами на очень ранних этапах их разработки. Первые руководства, касающиеся этого вопроса, были опубликованы в США Национальным институтом здравоохранения (National Institute of Health – NIH) в 1976 году. Позднее они были пересмотрены, и в настоящее время к ним может быть добавлен ряд аналогичных международных и национальных руководств.

Законодательство в области биологической безопасности

В США Американские требования по биологической безопасности при работе с генетически модифицированными микроорганизмами (ГМО) даны в упомянутых выше пересмотренных руководствах (NIH Guidelines), опубликованных в Федеральном Регистре (своде американских законов) 18 июля 1991 г. (56 FR 33174) и действующих по настоящее время. Эти руководства устанавливают четыре уровня биологической безопасности для лабораторий – с первого по четвертый (BL1 – BL4). Для экспериментов, проводимых с объемами культуры более 10 л, установлены четыре дополнительных категории биологической безопасности. Для непатогенных и не обладающих токсическим действием рекомбинантных микроорганизмов, а также для тех из них, которые не способны сохранять жизнеспособность вне управляемых лабораторных условий, рекомендован уровень биологической безопасности, содержащийся в Надлежащей практике крупномасштабного производства (Good Industrial Large Scale Practice – GLSP). Кроме того, имеются три уровня биологической безопасности для крупномасштабного производства (Biosafety Levels – Large Scale: BL1-LS, BL2-LS, BL3-LS), каждый из которых эквивалентен уровням биологической безопасности с BL1 по BL3. Стандартных предписаний в отношении мер предосторожности для крупномасштабного культивирования очень опасных микроорганизмов, для работы с которыми требуется применение самого высокого уровня биологической безопасности (BL4), не существует.

В таблице 6.3 показано соответствие стандартов биологической безопасности, действующих в США, ЕС и Великобритании. Специфические требования американского законодательства представлены в таблице 6.4.

В Европе В странах Европейского сообщества меры биологической безопасности для ГМО должны удовлетворять стандартам, установленным Директивой ЕС 90/219/ЕЕС от 1990 года.

В Великобритании они сформулированы в «Правилах для работы с генетически модифицированными микроорганизмами (ограниченного использования)» – Genetically

Таблица 6.3. Эквивалентность стандартов биологической безопасности для крупномасштабных производств

	США (NIH)	ЕС (Директива)	Великобритания (ГМО)
Нет биологической опасности	GLSP		
Низкая степень биологической опасности	BL1-LS	LSCC-1	**B2**
Средняя степень биологической опасности	BL2-LS	LSCC-2	**B3**
Высокая степень биологической опасности	BL3-LS	LSCC-3	**B4**

Modified Organisms (Contained Use) Regulations, изданных как законодательный акт (Statutary Instrument) Министерства здравоохранения и безопасных условий труда (Health and Safety Executive) и действующих с февраля 1993 года. Этот документ описывает методы для классификации микроорганизмов в соответствии с их потенциальной опасностью, в также три уровня биологической безопасности (B2, B3, B4) для крупномасштабных производств тех рекомбинантных микроорганизмов, которые, с одной стороны, являются патогенными или продуцируют токсины, а с другой – способны выживать за пределами управляемых условий их культивирования. Они идентичны трем уровням биологической безопасности (Large-Scale Containment Categories (LSCC) 1, 2, 3), установленным в упомянутой Директиве ЕС.

В Великобритании разработаны требования для изоляции патогенных микроорганизмов, встречающихся в природе, которые представлены в документе, называемом «Классификация патогенных микроорганизмов в соответствии с их опасностью и категории биологической безопасности», 4-я редакция, 1995 г. (Categorisation of Pathogens According to Hazard and Categories of Containment, 4th edn, 1995). Он был опубликован Консультативным комитетом по опасным патогенным микроорганизмам (Advisory Committee on Dangerous Pathogens – ACDP). Этот документ подразделяет микроорганизмы в зависимости от потенциальной опасности на четыре группы, начиная с группы 1 (способных с малой вероятностью вызвать заболевание человека) до группы 4 (способных вызывать трудноизлечимые, легко распространяющиеся и часто оканчивающиеся смертельным исходом инфекционные заболевания). Он также определяет четыре уровня изоляции от CL1 до CL4, каждый из которых соответствует эквивалентной группе опасности. Они скорее ориентированы на лаборатории и виварии, чем на промышленное оборудование. По этой причине названные уровни изоляции реже применяются при проектировании биофармацевтических производств, чем те, что установлены в правилах для ГМО.

Недавно был принят единый Британский и Европейский стандарт (British Standard/EuroNorm), касающийся мер изоляции для биотехнологических производств, обязательный к применению во всех странах-членах Европейского Сообщества. Он называется BS/EN 1620 (1997) «Биотехнология. Крупномасштабные процессы и производство. Строительство заводов в соответствии со степенью опасности» (Biotechnology – Large scale process and production – Plant building according to the degree of hazard). Этот стан-

Таблица 6.4. Требования мер биологической безопасности при проектировании помещений для крупномасштабных работ с потенциально опасными генетически модифицированными микроорганизмами (США)

Меры биологической безопасности	Уровни биозащиты, установленные NIH			
	GLSP	BL1-LS	BL2-LS	BL3-LS
1. Воздушный шлюз в местах входа в помещение				требуется
2. Знаки «Биологическая опасность» в местах входа		требуется	требуется	
3. Отрицательное давление в помещении				требуется
4. Отделка помещения, позволяющая легко обеззараживать поверхности				требуется
5. Средства обеззараживания для персонала				требуется
6. Фильтрация воздуха, выходящего из помещений, с помощью HEPA-фильтров				
7. Закрытые системы для всех операций с жизнеспособными микроорганизмами		требуется	требуется	требуется
8. Обработка использованных технологических газов, отводимых из закрытых систем		минимизи-зация выхода в атмосферу	предотвра-щение выхода в атмосферу	предотвраще-ние выхода в атмосферу
9. Закрытые системы должны работать под максимально возможным разряжением				требуется
10. Защита уплотнений в местах вращения и других возможных утечек из закрытых систем			предотвраще-ние утечки	предотвраще-ние утечки
11. Инструментальный мониторинг герметичности закрытых систем			требуется	требуется
12. Валидированное испытание герметичности закрытых систем			требуется	требуется
13. Валидированная инактивация микроорганизмов перед их удалением из закрытых систем		требуется	требуется	требуется
14. Контроль генерации аэрозолей в процессе работы	минимизация генерации с помощью приемов работы	минимизация генерации с помощью технических средств	предотвра-щение генерации	предотвра-щение генерации
15. Инактивация отходов		требуется	требуется	требуется
16. Системы и процедуры обеспечения безопасности, применяемые для устранения аварийных утечек	рекомендуется	требуется	требуется	требуется

дарт устанавливает четыре категории изоляции, подобные тем, которые содержатся в упомянутом выше документе, опубликованном Консультативным комитетом по опасным патогенным микроорганизмам (ACDP). Дополнительно он дает классификацию микроорганизмов в соответствии с их потенциальной опасностью для человека, животных или растений.

Первичная изоляция

Пункты 1 – 5 в таблице 6.4 содержат меры первичной изоляции, целью которых является удержание опасного фактора (патогенных микрооргаизмов) внутри «закрытой системы» технологического оборудования. Невозможно создать полностью закрытую систему из-за необходимости подавать в нее питательную среду, отбирать пробы, заполнять и вентилировать систему и т. д. Следовательно, должны быть предприняты определенные меры предосторожности с тем, чтобы минимизировать или предотвратить возможность утечки микроорганизмов во время выполнения технологических операций.

Ниже дан перечень мер, которые следует предусматривать при проектировании оборудования для изолированных систем:

- Все резервуары и оборудование, содержащие живые микроорганизмы, должны быть приспособлены для стерилизации паром. Предпочтительно проектировать их с учетом возможности стерилизации на месте использования (sterilization-in-place – SIP), а не полагаться на их разборку для последующей стерилизации в автоклаве.
- Газы, отходящие из закрытого технологического оборудования, биореакторов, должны проходить через стерилизующий фильтр с размером пор 0,2 мкм. При определенных обстоятельствах отходящий воздух может быть подвергнут термической обработке сжиганием.
- При проектировании герметизирующих уплотнений следует уделить особое внимание точкам ввода в закрытую систему. Фланцевые соединения, датчики средств измерений и другие статические соединения, используемые при относительно низких уровнях изоляции, обычно требуют установки одинарных кольцевых уплотнений. Однако резервуары, использующиеся при уровне изоляции B4, могут потребовать применения двойных кольцевых уплотнений или двойных уплотнений с кольцевым зазором, омываемым паром.
- Динамические уплотнения, например, уплотнения вала мешалки, могут потребовать использования двойных механических уплотнений, омываемых стерилизующим агентом, таким как пар или горячий конденсат.
- В процессе работы может поддерживаться паровой барьер на трубопроводах, подведенных к аппарату, содержащему микроорганизмы. Рис. 6.3 иллюстрирует работу парового барьера. При осуществлении процесса передачи технологической жидкости из сосуда, не содержащего микроорганизмы, в ферментер, краны на паровой линии и линии конденсата закрыты. В процессе ферментации два крана на передающей линии закрыты, а в зону между ними введен пар. Этот паровой барьер поддерживается в течение всего процесса ферментации для обеспечения как защиты биореактора от загрязнения посторонними микроорганизмами, так и предотвращения утечки культивируемых микроорганизмов.
- Потенциально загрязненные микроорганизмами отходы, например, отходы, образующиеся при отборе проб, а также паровой конденсат от стерилизации оборудования,

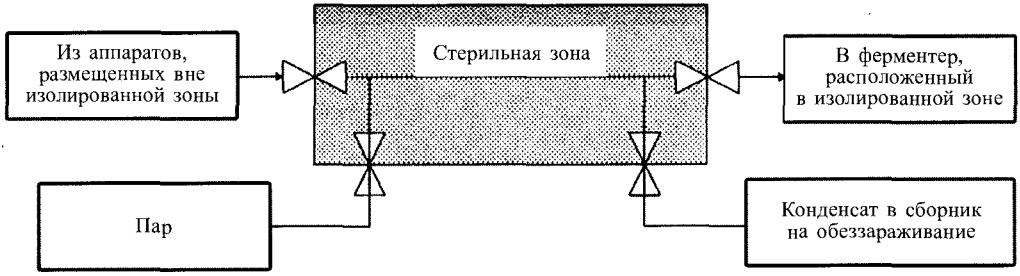


Рис. 6.3. Паровой барьер

должны собираться в бак для обеззараживания с последующей стерилизацией перед сбросом в канализацию. Загрязненные технологические отходы, такие как супернатант от центрифуг, также должны направляться в бак для обеззараживания.

В тех случаях, когда оборудование не может быть спроектировано как закрытая система (например, стаканочные центрифуги, из которых удаляется клеточный пастообразный концентрат), производственное помещение само по себе может рассматриваться в качестве средства первичной изоляции. В таких случаях операторы, работающие внутри комнаты, должны быть снабжены средствами индивидуальной защиты органов дыхания.

Вторичная изоляция

Первичная изоляция биотехнологического производства может быть нарушена в силу различных причин, таких как утечки, поломка оборудования или ошибка оператора. Следовательно, необходимо предпринимать меры по обеспечению вторичной изоляции, которые в основном ориентированы на производственные помещения. Последние проектируются так, чтобы предотвратить выход любых микроорганизмов за пределы производящего их предприятия.

Основной смысл вторичной изоляции состоит в том, чтобы производственные помещения стали частью производственного процесса. При их проектировании необходимо добиться такой координации различных инженерных дисциплин, которая дала бы уверенность в том, что концепция всеобщей изоляции применяется как к технологическому оборудованию, так и к зданию.

Проектные решения, необходимые для обеспечения вторичной изоляции, касаются широкого круга вопросов, начиная с планировки помещений и кончая выбором материалов для их отделки. Практикой проектирования выработаны следующие принципы обеспечения второго уровня защиты:

- Желательно физически отделить производственные площади, для которых требуется применение мер биологической безопасности, от других помещений. Вход на эти площади не должен осуществляться прямо из коридора. Категорий изоляции BL1-LS и BL2-LS требуют доступа в эти помещения через комнаты для переодевания и умывания. Категория изоляции BL3-LS требует наличия специального помещения для смены одежды и душевых помещений, имеющих вход через воздушный шлюз.

- Производственные площади с применением мер биологической безопасности должны быть спроектированы с учетом возможности удержания аварийных утечек биоматериала. Уровень пола в таком помещении может быть несколько ниже, чем в помещениях без применения мер биологической безопасности. Покрытие такого пола должно быть сплошным, места соединения пола со стенами – выполнены с закруглениями, а поверхность пола – иметь уклон к дренажным отверстиям. Типичными материалами, применяемыми в качестве напольных покрытий, являются листовой виниловый пластик, сваренный горячей сваркой, наливные эпоксидные покрытия и плитка терраццо.
- Дренажные отверстия полов должны быть связаны с емкостями для сбора и обеззараживания стоков.
- Материалы, применяемые для отделки стен и потолков, должны быть устойчивы к воздействию водных растворов моющих и дезинфицирующих средств (для успешной санитарной обработки). Стены должны быть также устойчивы к воздействию ударных нагрузок, если в помещении происходит работа с передвигаемыми на колесах емкостями. Типичная финишная отделка стен включает сухую штукатурку (гипсокартон) с последующей окраской эпоксидными эмалями или отделкой поливинилхлоридными покрытиями. Финишную отделку эпоксидными эмалями используют также и для оштукатуренных кирпичных стен.
- Производственные помещения, отвечающие требованиям категории изоляции BL3-LS, должны быть полностью герметизированы для выполнения их санитарной обработки парами таких стерилизующих веществ, как, например, формалин.

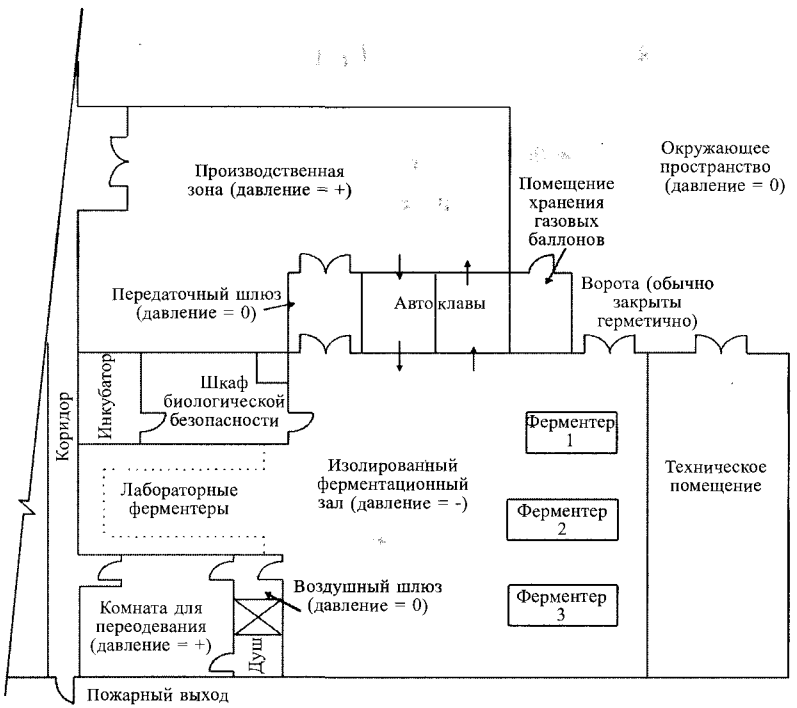


Рис. 6.4. Возможный вариант размещения зоны биологической безопасности класса BL3-LS

Практическое применение перечисленных принципов проектирования продемонстрировано схемой производственных помещений на рис.6.4.

Проектные решения в отношении инженерных систем производственных зданий, обеспечивающих вторичную изоляцию, используют два метода изолирования среды, содержащейся внутри второго уровня изоляции, от окружающего пространства. Этими методами являются применение HEPA-фильтров, а также перепада давления между помещениями. HEPA-фильтры требуется устанавливать в системе вытяжной вентиляции для фильтрации воздуха, отводимого из помещений, соответствующих высоким категориям изоляции. Приточная вентиляция в эти помещения также может быть оборудована HEPA-фильтрами как для снижения микробного загрязнения воздуха внутри помещений, так и для продления срока службы HEPA-фильтров в системе вытяжной вентиляции. Поскольку эти фильтры могут быть потенциально загрязнены патогенными микроорганизмами, то их следует устанавливать в «корпуса безопасной замены» («safe-change housings»), чтобы персонал, заменяющий фильтры, не получил заражения этими микроорганизмами.

Для категории изоляции BL3-LS *требуется, чтобы в соответствующих ей производственных помещениях поддерживался отрицательный перепад давления по сравнению с прилегающими зонами. В воздушных шлюзах, расположенных между этими помещениями, следует поддерживать промежуточное давление. Это обеспечит движение воздушного потока из неизолированных помещений в изолированные. Использование принципов проектирования с реализацией первичной и вторичной изоляции применительно к типовым ферментационным помещениям категории BL3-LS представлено на планировке, показанной на рис. 6.5.*

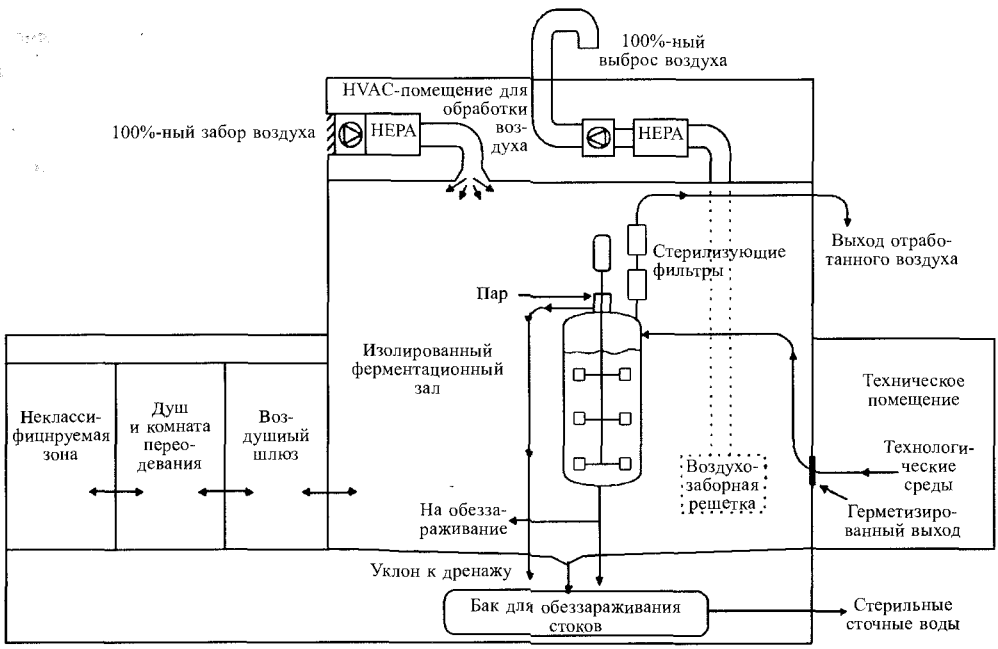


Рис. 6.5. Поперечный разрез зоны биологической безопасности категории BL3-LS

Обеззараживание жидких стоков

Все категории биологической безопасности для крупномасштабного производства, установленные Национальным институтом здравоохранения США, требуют, чтобы жидкие отходы были инактивированы до того, как они покинут предприятие (таблица 6.4, пп. 13 и 15). В основном это обеспечивается путем направления отходов в сборные емкости, в которых они подвергаются обработке с помощью химического дезинфектанта или тепловым методом с тем, чтобы убить все содержащиеся в них микроорганизмы. Собираемые жидкие отходы включают в себя не только технологические стоки, но также и любые другие жидкие отходы, которые могли быть загрязнены микроорганизмами внутри производственного здания. Они могут включать в себя утечки через уплотнения, конденсат после паровой стерилизации, промывные воды и другие жидкие стоки.

Применяется два основных способа инактивации – периодический и непрерывный. При периодической инактивации используются как минимум две сборных емкости (рис. 6.6). Они заполняются попеременно. Как только первая емкость наполняется, она отключается, а стоки направляются во вторую. Заполненная емкость подвергается процессу инактивации. При химической дезинфекции в емкость добавляют дезинфектант, после чего она длительно выдерживается для достижения необходимого обеззараживающего эффекта. Некоторые микроорганизмы инактивируются высокими значениями pH. В этом

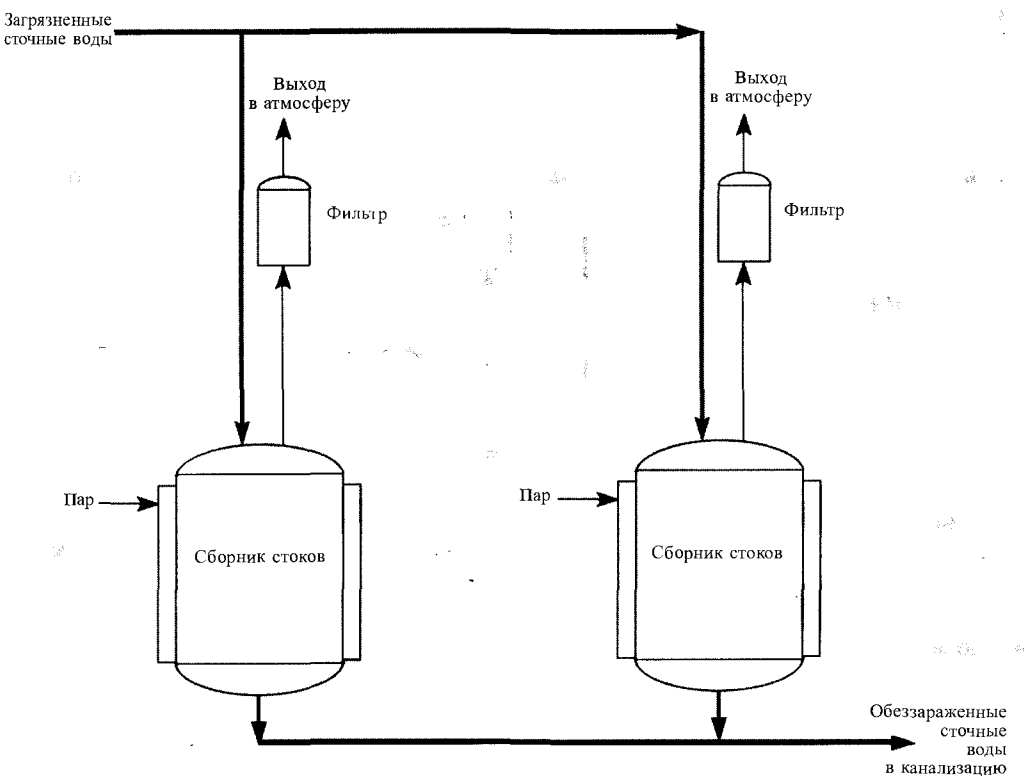


Рис. 6.6. Схема периодического обеззараживания сточных вод, содержащих опасные биологические загрязнения

случае в емкость добавляют гидроксид натрия. Для более устойчивых микроорганизмов могут быть использованы различные патентованные дезинфицирующие средства.

Тепловая дезинфекция является, возможно, наиболее часто используемым методом инактивации. В этом случае содержимое сборной емкости нагревают и выдерживают определенное время при высокой температуре. Микроорганизмы сильно различаются по своей способности выдерживать тепловую обработку, поэтому значения температуры инактивации и времени выдержки должны быть экспериментально определены заранее. Обычно температура инактивации находится в диапазоне от 80 до 100°С, а время выдержки – от нескольких минут до одного часа.

Другим способом обеззараживания стоков является непрерывная инактивация. Обычно она выполняется тепловым методом и требует использования только одной сборной емкости (рис. 6.7). Как только сосуд наполнится, его содержимое перекачивается насосом через нагреватель, а затем направляется либо в теплообменник, обеспечивающий необходимое время выдержки, либо возвращается обратно в емкость. Система непрерывной инактивации спроектирована так, чтобы нагреть стоки до определенной температуры и выдержать их при ней в течение заданного времени. Обычно эта температура выше, чем при периодической инактивации, а время выдержки значительно короче.

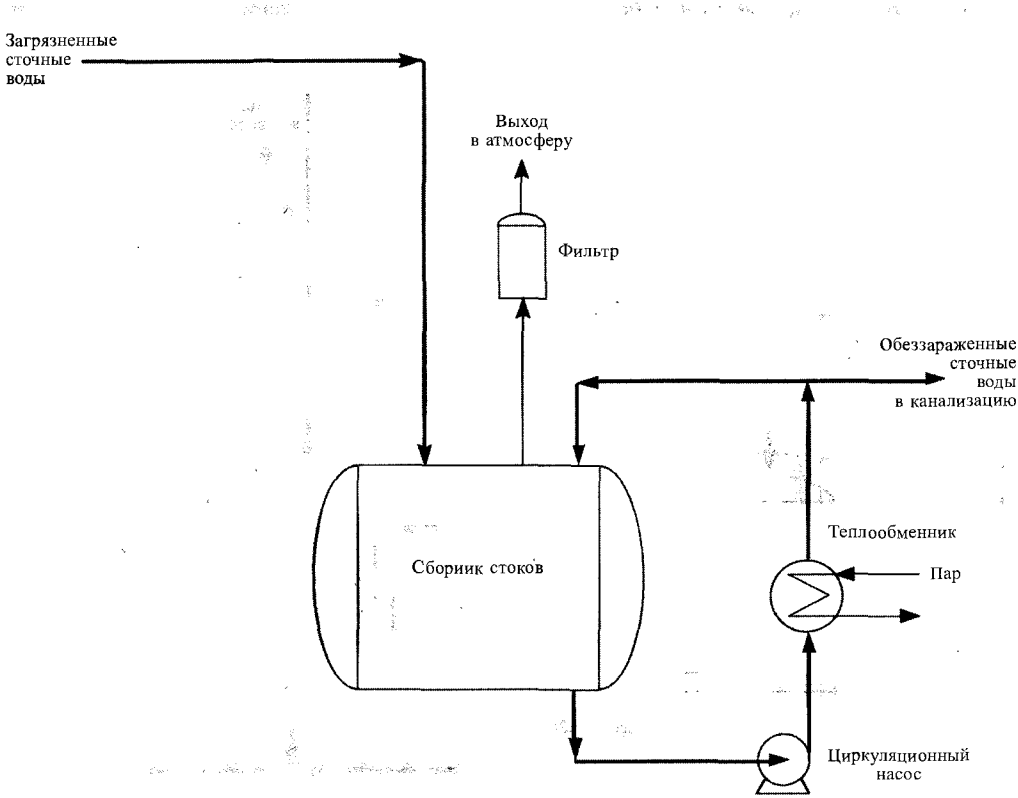


Рис. 6.7. Схема непрерывного обеззараживания сточных вод, содержащих опасные биологические загрязнения

ПОМЕЩЕНИЯ ДЛЯ БИОФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ

Помещения для биофармацевтических производств обычно включают в себя производственные площади для основных технологических процессов, которые были описаны выше. Многие современные промышленные здания спроектированы для выпуска различных видов продукции. При этом производства разделены, и каждый вид продукции выпускается на отдельных площадях. Они имеют отдельный доступ в производственные помещения, собственные транспортные средства и вспомогательные помещения. Последние могут включать:

- лаборатории для производственного контроля и контроля качества готовой продукции;
- помещения для вспомогательных технологических служб и механических мастерских;
- технические коридоры для распределительных трубопроводных систем и фальшполы для канализационных трубопроводов;
- склады оборудования и материалов, включая холодные комнаты;
- помещения со шкафами для одежды, комнаты для переодевания и туалеты;
- административные помещения, такие как офисы, хранилища архивов, конференц-залы.

Производственное здание должно быть спроектировано так, чтобы защитить рабочих, продукцию и окружающую среду от потенциально опасных микроорганизмов. Отдельные технические средства, которые включаются в проект производственного здания, должны сочетать в себе меры обеспечения биологической безопасности и защиты продукта от посторонних микроорганизмов, меры пожаро- и взрывобезопасности, а также меры, предотвращающие вредное воздействие на оператора радиоактивного излучения.

Интегрирование мер биологической безопасности и защиты продукта от посторонних микроорганизмов

Требования GMP, касающиеся чистых помещений, описаны в главе 4. Одним из ключевых требований GMP является использование положительного перепада давления в чистых помещениях с тем, чтобы предотвратить загрязнение продукта из внешней среды. Оно прямо противоположно требованию биологической безопасности обеспечивать отрицательный перепад давления. Необходимо находить средства, способные удовлетворять обоим требованиям. Как правило, доминирующим является требование поддерживать отрицательное давление на производственных площадях, окружающих технологическое оборудование. Его не обязательно осуществлять для всего производственного помещения, а только для отдельно вентилируемого изолятора с гибкими пленочными стенками. Если оборудование слишком громоздко или сложно для такого решения, то участок, для которого применяются меры биологической безопасности (с отрицательным перепадом давления) должен быть окружен помещениями с положительным перепадом давления. Поток воздуха внутри производственного здания должен быть спроектирован так, чтобы он выводился из чистого помещения в промежуточную зону. Обычно такой зоной является воздушный шлюз, разделяющий две зоны.

Пожары и взрывы

Конструкция биофармацевтических помещений должна включать в себя обычные средства противопожарной безопасности, препятствующие распространению пожара и способствующие эвакуации персонала. Некоторые помещения должны удовлетворять дополнительным требованиям для пожароопасных технологических процессов. Последние обычно ассоциируются с использованием пожароопасных органических растворителей. Они не очень широко используются в биотехнологии, однако этанол, изопропанол, ацетон и другие органические растворители иногда применяются в качестве агентов для осаждения, а также для селективного растворения и других операций на стадии выделения и очистки. В этом случае применяются следующие проектные решения:

- должны быть предусмотрены отдельные помещения для хранения и дозирования растворителей, оснащенные системами дренажа, способными собрать любые утечки;
- конструкции должны быть устойчивыми к действию огня;
- должна быть предусмотрена механическая вытяжная вентиляция, оснащенная системой контроля и сигнализации, для предотвращения опасных концентраций легковоспламеняющихся веществ;
- должны использоваться электропроводные (антистатические), противоскользящие, устойчивые к действию органических растворителей напольные покрытия;
- в соответствии с некоторыми национальными требованиями (например, NFPA в США) и правилами некоторых страховых компаний (например, Factory Mutual), могут потребоваться специальные проектные решения для выполнения стен или потолков в здании (отсутствие ниш, углублений и пр.) для предотвращения взрывов;
- электрическая проводка должна быть выполнена в пожаро-, взрывозащищенном исполнении;
- технологическое оборудование может быть оснащено средствами для продувки или заполнения инертным газом.

Радиоактивность

Производство некоторых медицинских диагностических препаратов предполагает использование радиоактивных меток. Работы с концентрированными растворами радиоактивных изотопов должны вестись в помещениях, специально сконструированных для работы с радиоактивными материалами. Основные проектные решения включают следующее:

- работу с концентрированными растворами радиоактивных изотопов следует вести в специально сконструированных перчаточных боксах и вытяжных шкафах;
- доступ в эти помещения должен быть ограничен, а вход осуществляться через воздушный шлюз;
- в них должен поддерживаться отрицательный по отношению к соседним помещениям перепад давления;
- эти помещения должны быть оборудованы механической вытяжной вентиляцией, использующей однократный проток воздуха (без рециркуляции);
- отводимый из этих помещений в атмосферу воздух следует пропускать через фильтры с активированным углем, устанавливаемые после HEPA-фильтров, чтобы гарантировать отсутствие выброса радиоактивных веществ в окружающую среду.

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

За годы, прошедшие со времени выхода первой редакции этой книги, вопросы биологической безопасности стали меньше волновать ученых, инженеров, а также регулирующие ведомства. Это связано с тем, что большинство генноинженерных организмов производится из неопасных природных микроорганизмов и агентов. Более того, они целенаправленно ослабляются так, что не могут выживать за пределами управляемых параметров среды ферментера, или их метаболизм видоизменяется таким образом, что они не могут конкурировать с природными микроорганизмами. В любом случае опасность для окружающей среды снизилась, и это признают государственные регулирующие ведомства. Возможно, что большинство построенных к настоящему времени биофармацевтических производств следует отнести к самому низкому уровню изоляции. Тем не менее, строгие меры биологической безопасности все еще являются важным аспектом для многих производств, в частности там, где рекомбинантные бактерии и дрожжи используются для производства вакцин. Есть уверенность, что это требование сохранится и впредь.

7

Концепции экономической эффективности и энергосбережения чистых помещений

Г. ШИХТ (H. SCHICHT)

ВВЕДЕНИЕ

При проектировании чистых помещений руководствуются следующими приоритетами:

- Во-первых, эффективностью чистого помещения по отношению к обеспечению заданных условий технологической среды и требуемого класса чистоты помещения;
- Во-вторых, безопасностью и надежностью в процессе работы;
- В-третьих, экономической эффективностью – как в отношении капиталовложений, так и эксплуатационных расходов.

Этот порядок следования приоритетов является следствием самой природы технологических процессов, проводимых в чистом помещении, и того факта, что чистые помещения обычно оснащены очень дорогостоящим оборудованием и измерительной аппаратурой, правильная работа которых должна быть гарантирована в первую очередь. Кроме того, это следствие и того факта, что после каких-либо серьезных проблем, связанных с загрязнениями, может потребоваться проведение исключительно трудоемкой процедуры реквалификации и ревалидации чистого помещения.

Таким образом, качество работы и функциональная безопасность являются общим знаменателем, которому должны следовать все поставщики оборудования для производства в данном конкретном чистом помещении. Но, в конце концов, на коммерческое решение в пользу определенного поставщика оборудования в очень значительной – если не в решающей – степени всегда будут влиять размеры капитальных затрат и эксплуатационных расходов.

МИНИМИЗАЦИЯ РАСХОДА ВОЗДУХА ДЛЯ ОПТИМИЗАЦИИ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ

Как было показано в многочисленных и очень разнообразных областях применения, самые высокие требования по чистоте воздушной среды можно выполнить, используя однонаправленный воздушный поток, который в европейской технической литературе

иногда называется низкотурбулентным вытесняющим потоком, а в английских и американских публикациях называется – кратко, но не совсем корректно – ламинарным потоком. Это положение верно и для настоящего времени, и для ближайшего прогнозируемого будущего. К сожалению, подобное высокое качество обходится недешево: при обычно используемых линейных скоростях воздуха 0,3 – 0,5 м/с расход воздуха будет составлять 1080 – 1800 $м^3$/ч на каждый квадратный метр площади фильтров. Однонаправленный поток, таким образом, неразрывно связан с большим расходом воздуха. Следовательно, стоимость систем с использованием однонаправленного потока воздуха неизбежно высока, так как стоимость любых систем циркуляции воздуха – для чистых помещений или каких-либо других – прямо пропорциональна расходу воздуха. Таким образом, творческий подход к проектированию инженерных систем в технологии чистых помещений должен быть сознательно направлен на минимизацию расхода воздуха путем:

- уменьшения числа чистых зон, в которых используется однонаправленный поток воздуха, до минимально допустимого для технологического процесса уровня;
- снижения скорости воздушного потока в зонах, использующих однонаправленный поток, до минимальной величины, определяемой (a) восходящими потоками нагретого воздуха и/или нестабильностями воздушного потока, вызванными источниками тепла, связанными с технологическим процессом, и (b) турбулентностью, вызванной передвижением персонала;
- защиты чистых зон, использующих однонаправленный поток воздуха, путем применения пластиковых завес или разделяющих перегородок, обеспечивающих физическую изоляцию от внешних участков с более низкими требованиями к технологической среде;
- применения альтернативных проектных концепций, эффективно отделяющих технологический процесс от источников загрязнения и персонала (например, использование минизон типа SMIF-контейнеров в микроэлектронике и изоляторов или барьерных систем в фармацевтической промышленности – см. главы 3 и 4).

СИСТЕМЫ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ: УНИКАЛЬНЫЕ СХЕМЫ ЗАЩИТЫ

Основой для проектирования системы защиты и контроля загрязнений является сам защищаемый технологический процесс, то есть последовательность операций, компоновка аппаратуры и оборудования, специальные требования чистоты для технологического процесса, при обращении с материалами и при их перемещении между различными участками. Чем лучше все это известно, тем с большей точностью концепцию чистых помещений можно адаптировать к данной конкретной ситуации. Для того чтобы достичь компромисса между качеством и гибкостью производства, с одной стороны, и капитальными затратами и эксплуатационными расходами, с другой стороны, обязательно необходимо непредвзятое сотрудничество между проектировщиками, поставщиками оборудования и конечным пользователем чистых помещений.

Если чистым воздухом следует защитить только очень малые участки, например, в исследовательских лабораториях, то простым, гибким и в то же время экономически эффективным решением могут стать чистые боксы. Такие устройства являются сменным, легко заменяемым оборудованием. При работе они аспирируют воздух непосредственно из помещения и, таким образом, не зависят от системы воздухоподготовки.

Если защиту необходимо сделать более обширной, то выгоднее интегрировать систему подачи чистого воздуха в центральную систему воздухоподготовки. В такое проектное решение может быть заложена не только гибкость системы, но также и очень эффективные энергосберегающие концепции. В этом случае имеется широкий выбор различных вариантов систем распределения воздуха, начиная с (a) локальной защиты расположенных отдельно рабочих мест, (b) чистых тоннелей и заканчивая (c) однонаправленным воздушным потоком по всему объему, как в помещениях зального типа.

Для оптимальной гибкости и адаптации к планировке в каждой конкретной производственной ситуации зачастую удобно разделить две функции:

- фильтрацию воздуха;
- создание области с однонаправленным воздушным потоком.

Первым этапом является очистка поступающего воздуха до необходимого уровня чистоты с помощью HEPA и ULPA-фильтров. Однонаправленный поток создается *в другом месте, например, после фильтров, специальными устройствами распределения* воздуха, способными формировать низкотурбулентный вытесняющий поток. Одним из примеров подобного устройства является воздухораспределитель, предложенный Грюндером и Зетцом (Grunder, 1980; Bruderer, 1983) и представляющий собой двойную сетку-экран из полиэфирного волокна. Конфигурация воздухораспределителей может быть полностью адаптирована к геометрическим размерам защищаемого оборудования. При использовании потолочных фильтров в режиме турбулентной вентиляции добиться такой степени адаптации невозможно из-за ограничений, связанных со стандартными размерами HEPA и ULPA-фильтров. В результате нужно будет повышать расход воздуха.

Проиллюстрируем три основные концепции:

- локальная защита;
- линейная защита;
- пространственная защита,

приведя несколько примеров практических решений, использованных на производстве и в больницах (Schicht, 1988).

Локальная защита

В качестве примера этого способа защиты на рис. 7.1 показана проводимая в стерильных условиях операция розлива в фармацевтической промышленности. Приточный воздух подается от центральной системы воздухоподготовки и проходит через HEPA-фильтры. Затем он распределяется над участком розлива при помощи воздухораспределителя описанной выше конструкции. Он формирует направленный вертикально вниз однонаправленный поток воздуха, обеспечивающий уровень чистоты, соответствующий классу 100 (классу ИСО 5), в середине зоны, где продукт и наполняемые контейнеры подвергаются воздействию окружающей их воздушной среды. На практике асептические центральные участки эффективно изолируются от окружающего пространства с помощью пластиковых пленочных завес. Эти ограждения поддерживают требуемый уровень чистоты воздуха путем простого вытеснения воздуха из асептической зоны, то есть без дополнительных затрат.

На рис. 7.2 показана типичная хирургическая операционная, требующая асептических условий высокого уровня, поскольку зона оперативного вмешательства и стол с инструментами должны быть абсолютно свободны от микроорганизмов. Прошедший

через HEPA-фильтры чистый воздух подается на участок, где проводится операция, таким образом, что образуется вытесняющий поток, направленный вертикально вниз и характеризующийся очень высокой однородностью скорости по всему потоку. Было показано, что в подобных случаях достаточна скорость потока 25 – 30 см/с. Таким образом, как уменьшение площади, на которой нужно поддерживать однонаправленный поток воздуха, так и снижение скорости потока приводят к уменьшению расхода воздуха.

В зависимости от геометрии защищаемого пространства и типа производимых операций необходимо выбирать между вертикальным или горизонтальным (или, в исключительных случаях, диагональным) потоком воздуха. Пример локальной защиты с горизонтальным воздушным потоком представлен на рис. 7.3, на котором показано рабочее место в исследовательской лаборатории микроэлектроники. Применение горизонтального потока воздуха позволяет без труда обеспечить необходимые условия среды – чистоту, температуру и влажность – в зоне вокруг электронно-лучевой установки сложной геометрической формы, несмотря на большое количество тепла, выделяемого контрольной аппаратурой и вычислительной техникой, которую можно увидеть в левой части фотографии.



Рис. 7.1. Локальная защита проводимой в стерильных условиях операции розлива в фармацевтическом производстве обеспечивается вертикальным однонаправленным потоком воздуха, формируемым с помощью устройства воздухораспределения



Рис. 7.2. Операционная с подачей воздуха через потолочные панели. Основные источники света расположены за воздухораспределителем, выполненным из прозрачного синтетического волокна

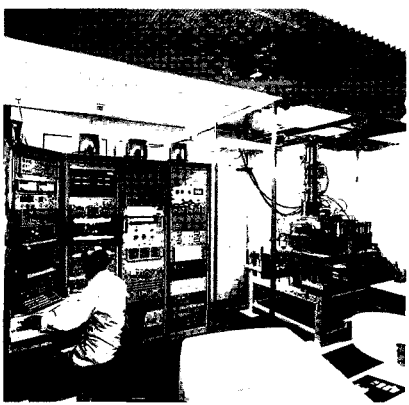


Рис. 7.3. Локальная защита зоны вокруг электронно-лучевой установки с помощью горизонтального потока воздуха

Линейная защита

Принцип линейной защиты широко применяется при создании т. н. чистых тоннелей или сервисных коридоров (рис. 7.4), которые довольно часто встречаются в производстве микроэлектроники. В этом случае оборудование и аппаратура, участвующие в технологическом процессе, обычно располагаются в два ряда вдоль стен, позади которых предусматриваются участки обслуживания и текущего ремонта. Зона формирования однонаправленного потока воздуха располагается максимально близко к защищаемому технологическому оборудованию. Воздух из центральной системы воздухоподготовки направляется в HEPA-фильтры, которые устанавливаются на уровне потолка до устройств распределения чистого воздуха. Это позволяет устанавливать аппаратуру для освещения и оборудование для ионизации воздуха до воздухораспределителей, не создавая препятствий на пути однонаправленного потока. Рециркуляционный воздух обычно удаляется через отверстия в стене каждого из чистых тоннелей в расположенное позади нее техническое пространство, откуда он возвращается обратно в центральную систему воздухоподготовки.

Основные преимущества таких чистых тоннелей с вертикальным потоком воздуха заключаются в следующем:

- требования к чистоте воздуха могут быть дифференцированы (высокий уровень требований в зонах технологического процесса, менее жесткие требования для зон перемещения и коридоров, значительно более низкие требования для участков обслуживания и текущего ремонта);
- минимальные размеры зоны с однонаправленным потоком воздуха (вследствие чередования рабочих зон и участков технического обслуживания);
- удаление рециркуляционного воздуха сбоку, со стороны участков технического обслуживания (это означает, что можно избежать применения многоуровневых полов и больших пространств под полом для удаления рециркуляционного воздуха);
- низкие эксплуатационные расходы вследствие минимизации расхода воздуха;
- высокая безопасность при эксплуатации и простое разделение по группам пожароопасности.

В качестве недостатков следует отметить следующее:

- при проектировании необходимо очень точное и детальное планирование мест расположения оборудования, требуемого для работы и обслуживания пространства, а также расчет материальных потоков;
- пониженная способность к адаптации при изменении технологических требований, смене оборудования и изменениях планировки.

Направление потока воздуха при линейной защите объекта также нужно выбирать в соответствии с особенностями каждого индивидуального случая. Например, для защиты рабочего места сборщика (на рис. 7.5 показана сборка и проверка качества компьютерных жестких дисков на заводе в Юго-Восточной Азии) предпочтительнее выбирать горизонтальный однонаправленный поток воздуха, направленный на оператора, так как при этом наиболее эффективно предотвращается загрязнение частицами от персонала и внешних линий конвейера.



Рис. 7.4. Производственные участки, спроектированные по принципу чистых туннелей

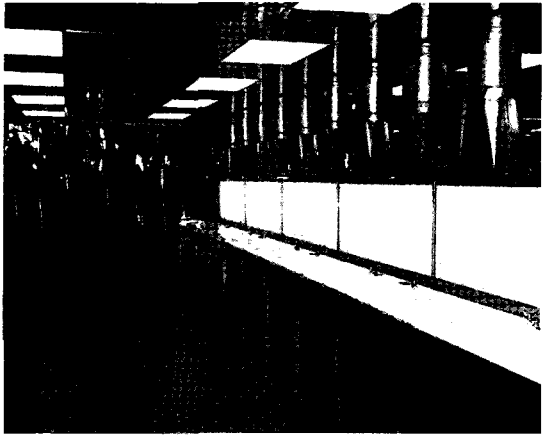


Рис. 7.5. Линейная защита горизонтальным воздушным потоком для сборочного конвейера при производстве жестких дисков

Пространственная защита в больших чистых помещениях

Не всегда есть возможность обеспечить последовательность рабочих операций в чистых помещениях таким образом, чтобы реализовать принципы локальной и местной защиты, которые наиболее предпочтительны с точки зрения стоимости изделия и эксплуатационных затрат. В подобных случаях нет другого выхода, кроме как прибегнуть к крупномасштабной защите, охватывающей помещение целиком.

Примером, когда необходимо использование большого чистого помещения, является сборка аэрокосмического технологического оборудования. В этом случае естественным приоритетом является чрезвычайно высокая степень надежности и функциональности. Для помещения, показанного на рис. 7.6, был выбран принцип горизонтального потока воздуха. Это означает, что критические рабочие процессы должны быть сконцентрированы непосредственно в потоке воздуха вблизи распределяющей воздух стены, в то время как второстепенные по чувствительности к загрязнениям производственные операции должны быть расположены ниже по потоку, то есть в глубине помещения.

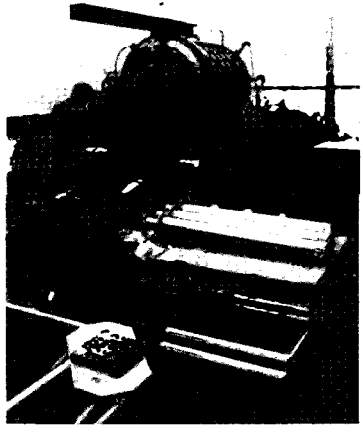


Рис. 7.6. Сборка и испытание элементов космического аппарата в чистом помещении с горизонтальным вытесняющим потоком, создаваемым устройством распределения чистого воздуха, которое занимает всю площадь стены на заднем плане рисунка

Чрезвычайно высокие требования к чистоте воздуха могут предъявляться в полупроводниковой промышленности. Хотя при производстве полупроводников иногда используются хорошо структурированные планировки, базирующиеся на применении минизон (см. главу 3), для комплексов очень больших масштабов (Very Large Scale Integration – VLSI) продолжают проектироваться и строиться большие чистые помещения зального типа. Подобные помещения часто имеют площадь пола в несколько тысяч

квадратных метров. Если помещения такой величины должны соответствовать строгим требованиям в отношении чистоты воздуха, единственно правильным подходом является использование принципа вертикального однонаправленного потока: поступающий воздух подается через ULPA-фильтры большой площади, расположенные на потолке, а рециркуляционный воздух удаляется через перфорированный пол (рис. 7.7).

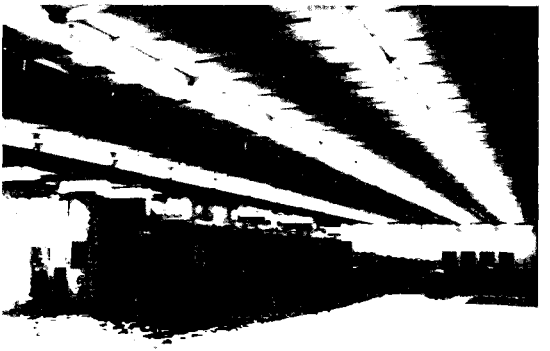


Рис. 7.7. Чистое помещение с вертикальным однонаправленным потоком, потолочными фильтрами большой площади и перфорированным полом для выхода использованного воздуха

Наиболее значительными преимуществами помещений такой большой площади являются следующие:

- максимальная приспособляемость к изменениям в размещении оборудования и стен-перегородок;
- легкая адаптация производственных помещений к изменениям в технологии или перепланировке;
- простота эскизного проектирования при использовании стандартизированных систем с потолочными фильтрами, поскольку они предполагают продуманную систему стыковки с ограждающими конструкциями аналогичных модульных размеров;
- простые системы воздухоподготовки с постоянной температурой подаваемого воздуха; часто нет необходимости в делении помещения на зоны с целью контроля.

Однако, с другой стороны, не следует оставлять без внимания и отрицательные свойства систем для таких больших помещений:

- большой расход воздуха, приводящий к высоким энергозатратам на циркуляцию воздуха, как следствие больших размеров помещений, которые по всей своей площади работают по принципу низкотурбулентного вытесняющего потока;

- повышенная пожароопасность в результате ограниченной возможности разделения помещения на отдельные секции;
- требования к чистоте воздуха могут различаться только в пределах ограниченного диапазона;
- протяженные (и дорого обходящиеся) объемы сверху и снизу чистого помещения, а также смежные с чистым помещением пространства должны быть адаптированы для обеспечения циркуляции воздуха.

Сравнительная оценка

Предпочтение той или иной из описанных здесь концепций следует отдавать в зависимости от области применения чистого помещения. Локальная защита широко применяется в исследовательских учреждениях, больницах, фармацевтических производствах, а также и в мелкосерийном производстве; в то время как системы линейной защиты или защиты помещений зального типа наиболее соответствуют предприятиям с большими технологическими площадями и сборочным цехам. В каждом случае выбор между различными вариантами должен производиться индивидуально, принимая во внимание всестороннюю оценку отдельных характеристик каждого объекта. Тем не менее, приемлемая концепция не всегда должна быть однозначной: решением может быть выбор чистых зон большой площади в одной части здания и использование тоннельного или локального принципа защиты в других частях.

ОПТИМИЗАЦИЯ ЭНЕРГОЗАТРАТ В СИСТЕМАХ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Рассмотренные выше различные решения заключались главным образом в снижении до минимума расхода воздуха, что обеспечивает эффективное уменьшение капитальных затрат и эксплуатационных расходов. Однако существует еще множество способов снижения энергозатрат в системе чистых помещений. Некоторые из них могут потребовать дополнительных начальных вложений, но в итоге суммарные затраты на энергию в течение периода полезного использования системы могут в два – три раза (и даже больше) окупить капитальные затраты, что является показателем разумного использования средств. Особенно хорошие результаты достигаются при использовании комбинированных методов, которые могут объединять несколько отдельных мероприятий, перечисленных выше, в цельную согласованную модель (Schicht, 1982; Patel et al., 1991):

- регулируемое соотношение поступающего снаружи и рециркуляционного воздуха с целью уменьшения потребности в искусственном охлаждении за счет использования принципа естественного охлаждения;
- использование отходящего тепла с целью нагрева;
- извлечение тепла из рециркуляционного воздуха при помощи рекуперации и тепловых насосов с реверсивным циклом;
- минимальное увлажнение воздуха;
- последовательное расположение систем и зон в зависимости от требуемых параметров воздуха;
- снижение расхода воздуха в то время, когда производство останавливается;
- выбор для системы компонентов, отличающихся высокой эффективностью и низким перепадом давления;

- минимизация сопротивления потоку в системе циркуляции воздуха путем выбора низких скоростей, плавных соединений, отсутствия резких изменений скорости и других подобных мер.

Этот перечень, разумеется, не является исчерпывающим. Значительное снижение энергозатрат может быть достигнуто при проектировании систем кондиционирования воздуха и систем чистых помещений в целом, если использовать все возможности управления энергопотреблением с помощью современных автоматических систем контроля, особенно при использовании микропроцессорных технологий и персональных компьютеров. В дальнейшем такие системы могут дополняться, превращаясь в комплексные автоматизированные системы управления всем производственным зданием.

ПРИМЕР КОМПЛЕКСНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ КОНЦЕПЦИИ

Приведенный ниже пример является иллюстрацией того, как перечисленные выше меры по энергосбережению могут использоваться совместно, формируя комплексное решение. Описанные в примере помещения разработаны для исследовательского института, специализирующегося на разработках, связанных с полупроводниками.

Для обеспечения кондиционирования воздуха в многоэтажном здании была выбрана центральная установка с постоянным расходом воздуха. HEPA-фильтры для каждого этажа централизованно сгруппированы в компактные короба для фильтров, к которым обеспечен легкий доступ. Каждый короб соответствует определенной зоне. Таким образом, наблюдение за состоянием фильтров и эксплуатационные работы можно осуществлять, не входя в исследовательские рабочие помещения. Система распределения воздуха спроектирована таким образом, чтобы в дальнейшем ее модификация не вызывала затруднений. Это достигается путем подачи воздуха в устройства распределения, изготовленные по техническим требованиям заказчика. Размеры и монтаж устройств распределения, направление воздушного потока и его скорость при этом должны точно соответствовать индивидуальным требованиям каждого рабочего места. Это позволяет поддерживать класс чистоты воздуха 100 (класс ИСО 5). В некоторых случаях защита технических устройств происходит путем применения горизонтального однонаправленного потока, в некоторых – вертикального однонаправленного потока.

Таким образом, рабочие места изолированы от остального пространства путем использования принципа локальной защиты. Остальное пространство в помещениях лабораторий кондиционируется в основном за счет потока, перетекающего из чистых зон, при этом дополнительные устройства подачи воздуха не обязательны. Это позволяет решить сразу две задачи – поддерживать требуемые условия кондиционирования воздуха и в то же время обеспечивать чистоту воздуха, соответствующую классу 10 000 (класс ИСО 7), без дополнительных затрат, поскольку примененное техническое решение использует принцип минимизации расхода воздуха.

В качестве второй меры, направленной на реализацию этого принципа, скорость воздуха на выходе из устройства распределения чистого воздуха устанавливается индивидуально в диапазоне 0,25 – 0,4 м/с и впоследствии поддерживается постоянной с помощью устройств автоматического контроля расхода воздуха.

Таким образом, для снижения расхода воздуха использованы: минимизация площади участков, защищаемых однонаправленным потоком воздуха; минимизация скорости воздуха и принцип перетекания воздуха на участки, не защищенные однонаправленным потоком.

Оборудование для воздухоподготовки работает на уровне 70% от своей производительности. Уменьшение перепада давления и увеличение уровня эффективности теплообменников в результате пониженной скорости воздуха более чем компенсируют несколько более высокую стоимость оборудования. В нерабочее время скорость потока воздуха снижается до 50% от ее номинального значения, и в итоге энергозатраты системы распределения воздуха уменьшаются более чем на 25%.

Циркуляция воздуха осуществляется высокоэффективными воздуходувками с эффективностью в рабочей точке около 80%. Это снижает энергозатраты по сравнению с решением, основанным на использовании чистых ламинарных боксов, поскольку при таком подходе требуется большое число маленьких децентрализованных воздуходувок с относительно низкой эффективностью.

Тепло используется повторно тремя способами: тепло выходящего воздуха передается поступающему снаружи воздуху через теплообменники; охлаждающая вода, выводящая отработанное тепло из оборудования в помещениях лабораторий, используется для последующего нагрева поступающего снаружи воздуха; наконец, отработанное тепло водяных охладителей применяется при нагреве воды для санитарно-технического оборудования, для офисных нагревательных систем с более низкой температурой, а также для снабжения необходимым теплом многозонных нагревателей в системе кондиционирования воздуха.

ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ О НЕКОТОРЫХ ВИДАХ ЗАТРАТ

После обсуждения приемов проектирования, направленных на оптимизацию первоначальных затрат и эксплуатационных расходов в системах чистых помещений, можно сделать несколько замечаний об уровне некоторых затрат.

Хотя в литературе (см., например, Barnett et al., 1995; Lynn et al., 1993; Rakoczy, 1987) можно найти данные об абсолютных уровнях стоимости, в данной книге кажется разумнее удержаться от подобных указаний. В конце концов, данные об абсолютной стоимости быстро устаревают из-за инфляции. Кроме того, они значительно различаются в разных странах из-за колебаний курсов валют, различных систем налогообложения, уровня заработной платы и связанных с ней затрат, процентных ставок, таможенных пошлин, расходов на страхование (особенно там, где обеспечивается ответственность производителя за качество и безопасность выпускаемой продукции), а также многих других факторов. К тому же монтаж любого чистого помещения – это каждый раз уникальная работа, подразумевающая интеграцию чистого помещения в отличающиеся друг от друга здания, использование различных планировочных решений, применение множества видов различных конструкционных элементов и соответствие различным стандартам качества. Некоторые проекты в значительной степени повторяют друг друга, в то время как другие предусматривают индивидуальную схему защиты для каждого рабочего места и, следовательно, требуют большей инженерной проработки. Допустимые колебания контролируемых параметров (например, температуры и влажности) относительно средних значений могут быть довольно большими или же весьма ограниченными и, как следствие, приводить к усложнению системы контроля. Кроме того, необходимо учитывать влияние масштаба производства и режима работы. Постоянная работа с полной проектной нагрузкой или снижение скорости потока воздуха в нерабочее время;

использование 100% наружного воздуха или максимальной рециркуляции воздуха – все это лишь некоторые важные параметры, влияющие на первоначальные затраты и уровень эксплуатационных расходов.

Таким образом, все последующие замечания должны рассматриваться только как основополагающие принципы. Ими нельзя заменить работу по калькуляции себестоимости конкретного проекта во всех деталях.

Только в области микроэлектроники концепции создания чистых помещений достаточно похожи для того, чтобы можно было содержательно сравнивать затраты по объектам с различными классами чистоты воздуха. С этой хорошо обоснованной точки зрения были проанализированы данные в работе (Lynn et al., 1993), где представлена информация о стоимости законченных производственных комплексов, использующих чистых помещений. Собственно чистые помещения являются только одной из множества составляющих стоимости, поскольку в исследовании рассматриваются также общая стоимость здания, затраты на строительство, на чистые помещения со всеми их составляющими и элементами, стоимость систем циркуляции воздуха, нагрева и охлаждения, противопожарной защиты и других подсистем, а также стоимость системы электропитания – не рассматривались только затраты на технологическое оборудование. Если взять за отправную точку комплекс чистых помещений класса 100 000, то оценка при этих условиях показывает:

- комплекс чистых помещений класса 1 000 (класс ИСО 6) будет стоить в 1,45 раз больше;
- комплекс чистых помещений класса 100 (класс ИСО 5) – в 1,6 раз больше;
- комплекс чистых помещений класса 1-10 (класс ИСО 3-4) – в 1,75 раз больше.

К сожалению, все посвященные этому вопросу работы в значительной степени различаются по базам данных, и какое-либо их сравнение не приводит, как правило, к значимым выводам. Для иллюстрации этого ниже представлена вторая подборка информации о стоимости (Rakoczy, 1987), которая рассматривает только систему воздухоподготовки для чистых помещений. Данные о стоимости включают в себя: устройство воздухоподготовки для наружного и рециркуляционного воздуха, вентиляторы, теплообменники, увлажнители, шумоглушители, включая амортизаторы и теплоизоляцию, воздуховоды для поступающего снаружи и отработанного воздуха, предварительную и окончательную фильтрацию, полную схему охлаждения воды с охлаждающими устройствами, охлаждающие колонны, насосы и все трубопроводы, полную систему автоматизированного контроля и всю необходимую разводку электропитания, выключатели и предохранители. В этой работе не рассматривалась стоимость перегородок, полов и потолков (кроме потолков, состоящих из фильтров), освещения, противопожарной защиты и другого оборудования для обеспечения безопасности, трубопроводов для технологических сред (жидкостей), автоматических манипуляторов и какого-либо другого оборудования для технологического процесса.

Для оценки относительной стоимости установки за исходную точку взято чистое помещение класса 10 000 (класс ИСО 7) с самой простой системой воздухоподготовки. В этом случае уровень затрат на 1 м^2 можно оценить следующим образом:

- для чистого помещения класса 10 000 (класс ИСО 7) с усложненной системой воздухоподготовки стоимость может быть в пять раз выше;

- для чистого помещения класса чистоты 100 (класс ИСО 5), использующего систему с однонаправленным потоком воздуха, стоимость может быть в двадцать или тридцать раз выше;
- для чистого помещения класса чистоты 1 (класс ИСО 3), использующего систему с однонаправленным воздушным потоком, стоимость может быть в тридцать или пятьдесят раз выше.

Если сравнивать затраты на энергопотребление, то система чистых помещений класса 10 000 (класс ИСО 7) будет стоить в пять или десять раз больше, чем обычная система кондиционирования воздуха в административном здании, а система для класса 100 (класс ИСО 5) – в пятьдесят раз больше.

Как же суммировать отдельные составляющие затрат в итоговую общую сумму? Разделение по видам затрат не очень сильно различается для систем с турбулентными смешивающимися потоками и систем с однонаправленным потоком воздуха: если мы сравним чистые помещения класса 10 000 (класс ИСО 7) и класса 100 (класс ИСО 5), то (Rakoczy, 1987):

- стоимость энергозатрат составит 65 – 75 % от всех годовых затрат;
- капитальные затраты, то есть капиталовложения плюс износ, составляют 15 – 20 %;
- эксплуатационные затраты составляют около 10 % в обоих случаях.

Таким образом, чтобы снизить издержки, особое внимание следует уделить снижению энергозатрат. Этот аспект следует подчеркнуть особо, так как он не включается в калькуляции многих проектов! Наиболее значительный вклад в снижение затрат на энергию может внести рециркуляция воздуха, так как она имеет дополнительное преимущество, заключающееся в параллельном снижении капитальных затрат (благодаря снижению требований к мощности охладителя) и эксплуатационных расходов (благодаря увеличению продолжительности срока службы HEPA или ULPA-фильтров). По сравнению с устройствами, использующими 100% наружный воздух, применение рециркуляции воздуха позволяет снизить общие затраты (Rakoczy, 1987):

- в два раза для чистых помещений класса 10 000 (класс ИСО 7);
- в три раза для чистых помещений класса 100 (класс ИСО 5).

Для случая, когда вместо простой рециркуляции воздуха необходимо использовать системы регенерации или рекуперации восстановленного тепла, стоимость экономии не приводится.

Влияние на стоимость применения минисред и изоляторов

Хотя в проектах чистых помещений минисреды и изоляторы используются только для отделения технологических процессов от источников загрязнений и персонала, в действительности их применение может быть более комплексным, а также выгодным в плане снижения себестоимости. Это достигается, с одной стороны, за счет того, что сами минисреды занимают мало места, а с другой стороны, они зачастую способны функционировать в среде с относительно невысоким уровнем чистоты воздуха: например, в электронной промышленности класс чистоты 1 (класс ИСО 3) внутри минисред может быть достигнут в чистом помещении класса 10 000 (класс ИСО 7). Это, в свою очередь, позволяет упростить требования к одежде персонала.

При сравнении оборудованного для полупроводникового производства помещения зального типа класса чистоты 1 (класс ИСО 3) с другим способом оснащения, связанным с применением минисред, выяснилось, что при применении минисред затраты на строительство чистого помещения снизились на 25 – 40 % (например, Barnett et al., 1995). Это в значительной степени возмещает увеличение затрат на технологическое оборудование. Таким образом, размер капиталовложений остается практически на прежнем уровне – стоимость полностью оборудованного производственного помещения снизится примерно на 2 – 4%. Но при этом очень значительным будет снижение эксплуатационных расходов: общий расход воздуха будет достигать только одной трети, а тепловая нагрузка – только двух третей от величины, необходимой для помещения зального типа. Так, сообщалось, что для типового производства с площадью помещения 3700 м^2 полная экономия за год составляет 800 000 долларов США по затратам на энергию, плюс дополнительная экономия 1,7 млн. долларов США в год вследствие менее строгих правил в отношение спецодежды персонала.

Тем не менее, проявление этой экономии очень незначительно по сравнению с другими финансовыми преимуществами, получаемыми при использовании минисред в микроэлектронном производстве в результате ускоренного ввода в строй, то есть сокращения времени, необходимого для того, чтобы оборудование достигло своих полных производственных возможностей, а также в результате увеличения объемов выработки (O'Reilly and Rhine, 1995; Livingston et al., 1995).

Аналогичную экономию можно наблюдать при использовании изоляторов в асептических процессах в фармацевтической промышленности (Ruffieux, 1995). В указанной работе сообщается, что использование изоляторов позволяет снизить капитальные затраты на 10 – 15% по сравнению с обычными чистыми помещениями. В дополнение к этому, автор ожидает снижения эксплуатационных расходов на 40%, главным образом, благодаря уменьшению циркуляции воздуха, а также упрощению схемы переодевания персонала.

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Большие различия в уровнях затрат на создание и эксплуатацию чистых помещений открывают широкое пространство для технической мысли. Для нахождения оптимального решения этой проблемы от проектировщиков требуется подробное изучение возможных вариантов проектов и основных критериев выбора. Последовательное систематическое обдумывание задачи, серьезный анализ специфических условий предназначенного для использования здания, досконального знакомство с каждой поставленной проблемой, в том числе и с точки зрения пользователей чистых помещений – все это требует привлечения широкого спектра различных профессиональных дисциплин и является еще одним важным и необходимым условием успешной работы. В заключение необходимо отметить, что проект завоюет сердце заказчика только в том случае, если он сможет обеспечить – в серьезной борьбе с другими соискателями – наилучший компромисс между эффективностью и безопасностью, с одной стороны, и капитальными и эксплуатационными затратами, с другой стороны – или, другими словами, если проект обеспечит лучшее соотношение цена/затраты.

БЛАГОДАРНОСТИ

Рисунки 7.1-7.7 публикуются с разрешения Zellweger Luwa Ltd, Юстер, Швейцария.

ЛИТЕРАТУРА

Barnett, W. J., Castrucci, P., Schneider, R. K. and Williams, M. M. (1995). Cost reduction of cleanrooms with 100% minienvironments, *Proceedings 41st IES Annual Technical Meeting*, Anaheim, 30 April-5 May. Institute of Environmental Sciences, Mt. Prospect, Illinois, USA, pp. 134-141.

Bruderer, J. (1983). An economic and efficient air distribution method for the establishment of a clean working environment, *Swiss Pharma*, 5, 11a, 17-21.

Grunder, H. (1980). Ueber ein neues System der gezielten Anwendung von Laminar-flow (On a new concept of localised application of laminar-flow), *Reinraumtechnik*, **IV**, 7-10, Swiss Society for Contamination Control, Zurich, Switzerland.

Livingston, J., Art, D., Martin, R. and Traylor, F. M. (1995). Are minienvironments more economical for new construction?, *Microcontamination*, **March**, 33-39.

Lynn, Ch., Sears, M., Stanley, E. M. and Startt, S. (1993). Cleanroom facilities-Cost and budget development, *CleanRooms '93 Conference*, Boston, 22-25 March.

O'Reilly, H. and Rhine, B. (1995). The role of minienvironments in redefining microelectronic manufacturing economies, *Proceedings 41st IES Annual Technical Meeting*, Anaheim, 30 April-5 May. Institute of Environmental Sciences, Mt. Prospect, Illinois, pp. 130-133.

Patel, B., Greiner, J. and Huffman, T. R. (1991). Constructing a high-performance, energy-efficient cleanroom, *Microcontamination*, **February**, 29-32,70-71.

Rakoczy, T. (1987). Die Kosten von Reinraumanlagen und ihre wirtschaftliche Optimierung (The cost of clean room systems and their economic optimization), *Reinraumtechnik*, **VIII**, 39-43, Swiss Society for Contamination Control, Kiisnacht, Switzerland.

Ruffieux, P. (1995). Application examples of isolator technology II-Preparation of solutions and filling in sterile drug manufacturing, *Pharma Technologic Journal, Isolator Technology in Aseptic Manufacturing*, **16**, 1, 43-54.

Schicht, H. H. (1982). Application of energy-saving clean room systems in research and manufacture of micro-electronic components, *Proceedings of the 6th International Symposium on Contamination Control*, Japanese Air Cleaning Association, Tokyo, pp. 87-90.

Schicht, H. H. (1988). Engineering of cleanroom systems-General design principles, *Swiss Contamination Control*, **1**, 6, 15-20; **2**, 1, 27-39.

8

Высокоэффективная фильтрация воздуха

С. Д. КЛОКЕ И У. УАЙТ (S. D. KLOCKE AND W. WHYTE)

ВВЕДЕНИЕ

Для того чтобы гарантировать удаление из подаваемого в чистое помещение воздуха частиц, которые могут загрязнить продукцию, воздух должен фильтроваться. До начала 80-х годов для фильтрации воздуха в чистых помещениях применялись HEPA (High Efficiency Particulate Air) фильтры, т. к. на тот момент они были наиболее эффективными из коммерчески доступных фильтров. В настоящее время HEPA-фильтры все еще используются в большинстве чистых помещений, однако потребности одной из отраслей современного производства интегральных схем достигли уровня, требующего применения более эффективных фильтров. Такие фильтры получили название ULPA (Ultra Low Penetration Air) фильтров.

Высокоэффективные фильтры, которые используются в чистых помещениях, выполняют двойную функцию: они удаляют из воздуха мелкие частицы и – в помещениях с однонаправленным потоком воздуха – формируют воздушный поток. Расположение высокоэффективных фильтров и расстояние между ними, также как и величина скорости воздуха, оказывают влияние как на концентрацию взвешенных в воздухе частиц, так и на формирование застойных зон, аккумулирующих аэрозоли, и непредусмотренных путей миграции частиц по всему чистому помещению. Сочетание вентилятора и высокоэффективного фильтра является лишь начальным условием формирования однонаправленного потока воздуха. Для того чтобы обеспечить действительно качественный однонаправленный воздушный поток, необходим правильный баланс всех его составляющих.

Несмотря на то, что различные стандарты по чистым помещениям определяют класс чистоты только исходя из концентрации взвешенных в воздухе частиц (например, класс ИСО 6 или класс 1000), для достижения требуемого уровня чистоты в различных отраслях промышленности используются различные сочетания HEPA и ULPA-фильтров. Основными отраслями, широко использующими чистые помещения, являются производство полупроводников и фармацевтическая промышленность, хотя в последнее время к этому списку можно добавить биотехнологию, производство медицинских изделий, пищевую промышленность, производство жестких дисков и некоторые другие отрасли. В полупроводниковой промышленности при производстве изделий с субмикронной геометрией применяются ULPA-фильтры, в то время как для фильтрации

микроорганизмов и инертных частиц в чистых помещениях фармацевтической и некоторых других отраслей достаточно использовать HEPA-фильтры.

Принято считать, что в чистых помещениях класса ИСО 6 (класс 1000) или менее чистых для достижения соответствующего уровня очистки достаточно использовать HEPA-фильтры в сочетании с обычной (турбулентной) вентиляцией, например, вполне приемлемо установить их на входе воздушного потока в помещение или в воздуховоде приточной вентиляции. В чистых помещениях класса ИСО 5 (класс 100) HEPA-фильтры устанавливаются по всей площади потолка для создания однонаправленного вертикального воздушного потока через чистое помещение. В помещениях класса ИСО 4 (класс 10) и более чистых для создания однонаправленного воздушного потока следует использовать ULPA-фильтры.

КОНСТРУКЦИИ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ВОЗДУШНЫХ ФИЛЬТРОВ

Известны два типа конструкций высокоэффективных фильтров – с глубокими или с мелкими гофрами (складками). При использовании обоих типов обеспечивается большая площадь поверхности фильтрующего материала и его безопасное крепление в корпусе таким образом, чтобы не допустить протечек неочищенного воздуха.

В фильтрах с глубокими гофрами длинный лист фильтровальной бумаги складывается зигзагом, т. е. так, чтобы каждый последующий сгиб смотрел в противоположную сторону. Расстояние между сгибами (глубина гофра) составляет обычно 15 см (6 дюймов) или 30 см (12 дюймов). Для того чтобы обеспечить свободное течение воздуха через бумагу и стабильный рабочий режим, между складками устанавливают сепараторы – обычно гофрированную алюминиевую фольгу. Затем получившийся пакет из фильтрующей среды и сепараторов приклеивается к пластмассовому, деревянному или металлическому корпусу – рамке. Устройство фильтра этой традиционной конструкции представлено на рис. 8.1. Фильтры с глубокими гофрами чаще всего используются в обычных системах вентиляции, обеспечивающих скорость воздуха в пределах от 1,25 до 2,5 м/с (250 – 500 футов/мин).

Альтернативным методом является гофрирование фильтрующего материала непосредственно в процессе его производства. Затем гофрированный фильтрующий материал складывают в блок, причем сформированные гофры не только обеспечивают жесткость конструкции, но и гарантируют свободное течение воздуха. Конструкция фильтра такого типа показана на рис. 8.2.

Однако сейчас высокоэффективные фильтры в основном выпускаются в варианте с мелкими складками – минигофром (mini-pleat). В этой конструкции алюминиевые сепараторы не используются, а гофрированная фильтровальная бумага разделяется нитью, полосками клея или за счет созданного на поверхности бумаги рельефа и затем помещается в корпус-рамку. Этот способ укладки позволяет создать от шести до восьми гофров на 1 дюйм (2,5 см), в то время как в фильтрах, использующих глубокие гофры, удается получить от двух до трех гофров на той же длине. Таким образом, фильтры с минигофром содержат намного больше фильтрующего материала на единицу площади и более компактны. Конструкция фильтров с минигофром чаще всего применяется в чистых помещениях с однонаправленным воздушным потоком, т. к. бóльшая площадь

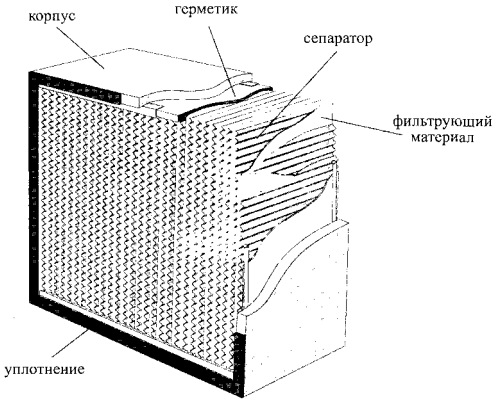


Рис. 8.1. Высокоэффективный фильтр с глубокими гофрами и сепараторами

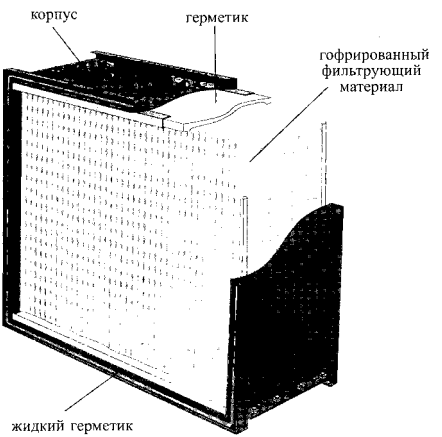


Рис. 8.2. Высокоэффективный фильтр с глубокими гофрами без сепараторов

фильтрующей среды при обычных в таких случаях скоростях воздуха от 0,35 до 0,5 м/с (от 70 до 100 футов/мин) обеспечивает меньший перепад давления, чем в фильтрах с глубокими гофрами. Конструкция фильтра с минигофром показана на рис. 8.3 и 8.4.

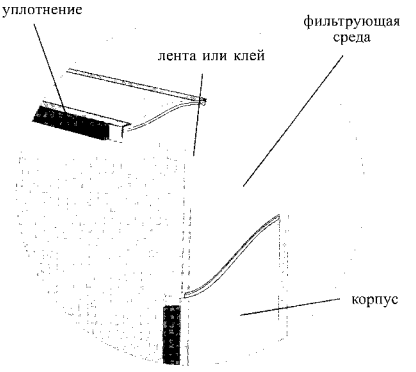


Рис. 8.3. *Ячейка фильтра с минигофром и сепараторами*

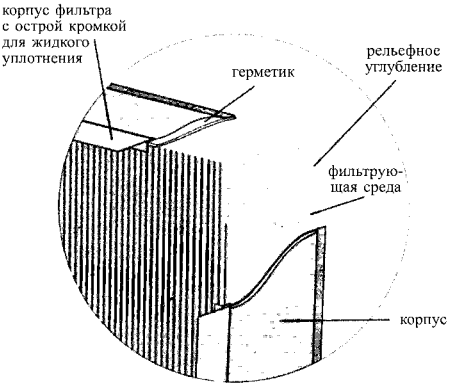


Рис. 8.4. Ячейка фильтра с минигофром без сепараторов

HEPA-ФИЛЬТРЫ

HEPA-фильтры характеризуются эффективностью фильтрации и величиной перепада давления при номинальном расходе воздуха. По определению, HEPA-фильтр должен обладать эффективностью фильтрации мелких частиц (с размером около 0,3 мкм) не менее 99,97%. Другими словами, только 3 из 10 000 частиц размером 0,3 мкм могут проскочить через такой фильтр.

Обычно HEPA-фильтры с глубокими гофрами имеют размеры 0,6 м × 0,6 м × 0,3 м (2 фута × 2 фута × 12 дюймов), номинальный расход воздуха 0,47 $м^3/с$ (1000 $фут^3/мин$), максимальное давление 250 Па (1 дюйм водяного столба) и площадь фильтрующего материала от 15,9 $м^2$ до 25,5 $м^2$ (от 170 $фут^2$ до 275 $фут^2$). Разделив расход воздуха на площадь фильтрующего материала, получим значение скорости воздуха (при номинальном расходе) в диапазоне от 1,8 см/с до 3,0 см/с (от 3,6 фут/мин до 5,9 фут/мин). Эти величины чрезвычайно важны, так как именно скорость воздуха определяет эффективность задержания частиц фильтрующим материалом и при увеличении или уменьшении скорости эффективность фильтрации изменяется. Таким образом, увеличение площади фильтрующего материала может привести не только к снижению перепада давления на фильтре, но и к росту его эффективности.

ULPA-ФИЛЬТРЫ

Обозначение ULPA применяют для фильтров, имеющих эффективность фильтрации выше, чем обычные HEPA-фильтры. Эффективность ULPA-фильтров может достигать 99,999% для частиц диаметром 0,1 – 0,2 мкм. Конструкция и принцип работы этих фильтров аналогичны фильтрам HEPA. ULPA-фильтры отличаются тем, что их фильтрующая среда содержит бóльшую долю тонких волокон, а перепад давления на фильтре несколько выше. По сравнению с HEPA-фильтром, имеющим такую же площадь фильтрующего материала, ULPA-фильтр будет иметь большее сопротивление. Так как ULPA-фильтры имеют более высокую эффективность, к ним не применимы методы испытаний, разработанные для HEPA-фильтров. В этом случае следует использовать лазерные счетчики частиц или счетчики ядер конденсации.

МЕХАНИЗМЫ УЛАВЛИВАНИЯ ЧАСТИЦ

Высокоэффективный фильтр предназначен для улавливания частиц с размерами приблизительно 2 мкм и менее. Для удаления более крупных частиц можно использовать сравнительно дешевые предварительные фильтры, которые в этой главе не рассматриваются. Фильтрующая среда высокоэффективного фильтра выполнена из стеклянных волокон с диаметрами в диапазоне от 0,1 мкм до 10 мкм, причем расстояние между волокнами, как правило, гораздо больше размеров улавливаемых частиц. Эти волокна ориентированы в пространстве случайным образом по всей глубине фильтрующей среды и поэтому не образуют пор какого-либо определенного размера. На рис. 8.5 приведен фотоснимок фильтрующей среды высокоэффективного фильтра. В нижней части фотографии указан масштаб 10 мкм.

В процессе движения через фильтрующую среду взвешенные в воздухе частицы сталкиваются с волокнами или с другими частицами, которые уже осели на волокнах.

На частицу, столкнувшуюся с волокном или с ранее осевшей частицей, действуют значительные силы, в частности, силы Ван-дер-Ваальса, причем их величина достаточна для того, чтобы «захватить» и удержать частицу.

Существуют три основных эффекта, ответственных за улавливание субмикронных частиц фильтрующей средой – инерция, диффузия и зацепление. Действующий одновременно с ними ситовый эффект играет значительно меньшую роль. Все четыре механизма схематически показаны на рис. 8.6. Считается, что электростатические эффекты в высокоэффективных фильтрах проявляются незначительно, и потому они не представлены.

Улавливание за счет *инерции* существенно для более крупных частиц, обладающих массой и импульсом, достаточными для того, чтобы отклониться от линии тока и столкнуться с волокном при обтекании его потоком газа (воздуха). В процессе улавливания за счет *диффузионного механизма* частицы с малой массой (т. е. частицы, масса которых недостаточна для того, чтобы отклониться от линии тока) движутся почти произвольно, так как они подвергаются постоянной бомбардировке другими частицами и молекулами газа, в котором они находятся во взвешенном состоянии. В процессе такого произвольного движения в разных направлениях частицы могут касаться волокон фильтра или ранее захваченных частиц. Если частица, проходя мимо волокна по линии тока, сталкивается с ним за счет своего конечного размера, т. е. тангенциально, то такой механизм улавливания называется *эффектом зацепления*. Наконец, последний из рассматриваемых механизмов фильтрации – *ситовый* – возникает, когда расстояние между волокнами меньше диаметра улавливаемых частиц.



Рис. 8.5. Фильтрующая среда высокоэффективного фильтра (снимок с экрана электронного микроскопа)

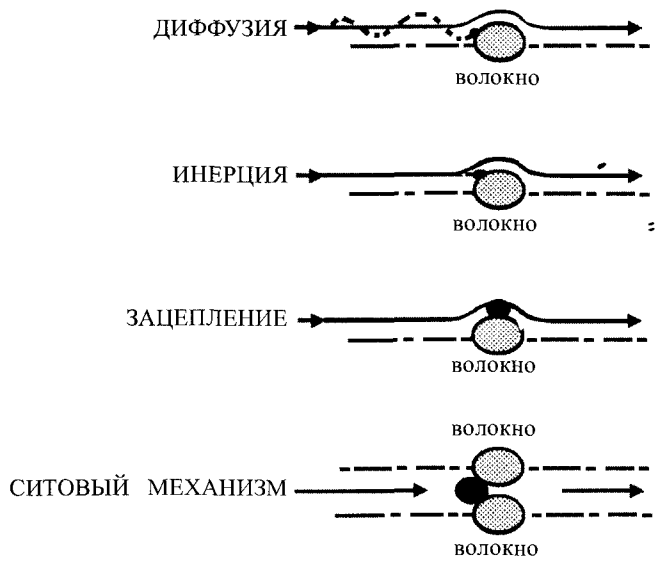


Рис. 8.6. Механизмы улавливания частиц

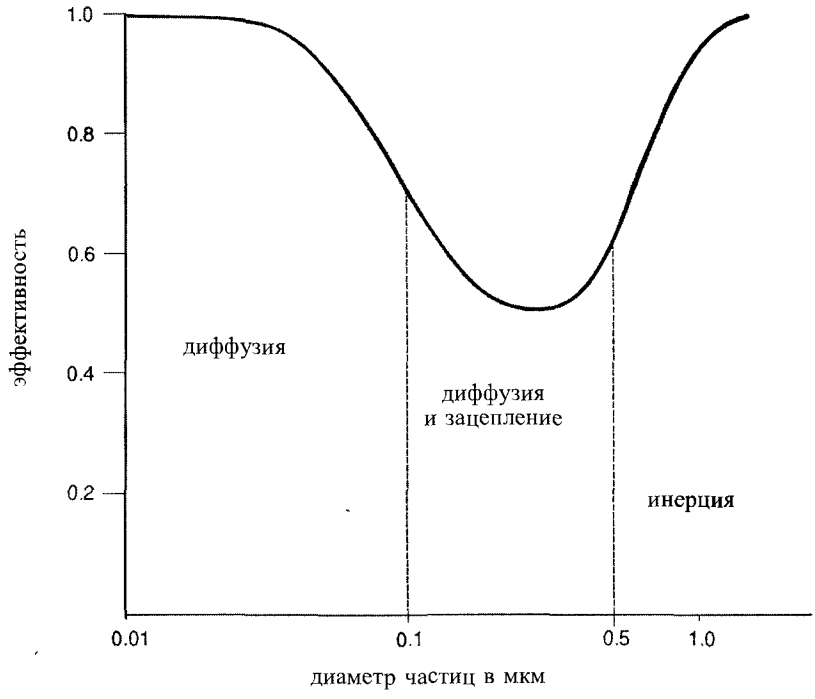


Рис. 8.7. Классическая кривая эффективности воздушного фильтра

Эффективность улавливания частиц высокоэффективным фильтром зависит от первых трех описанных выше механизмов удаления частиц из воздуха. Частицы самого большого размера улавливаются за счет инерции, частицы среднего размера – из-за эффекта зацепления, а самые маленькие частицы – вследствие диффузии. На рис. 8.7 представлена зависимость, иллюстрирующая эти положения. На графике приведена классическая кривая эффективности улавливания аэрозолей для HEPA-фильтров с минимальной эффективностью для частиц диаметром около 0,3 мкм. Частицы большего и меньшего размера будут улавливаться более эффективно.

Кривая дает довольно упрощенное представление. Известно, что размер частиц с минимальной эффективностью улавливания (размер частиц с максимальной проникающей способностью – most penetrating particle size, MPPS) изменяется в зависимости от нескольких параметров, к которым относятся:

1. плотность частиц,
2. скорость и длина свободного пробега частицы,
3. толщина фильтрующего материала,
4. скорость, давление и температура газа-носителя частиц,
5. размер волокон и их распределение в объеме фильтрующей среды.

Так как эффективность фильтрации зависит от такого большого набора переменных, то не следует полагать, что размер частиц с максимальной проникающей способностью жестко фиксирован. Большинство аэрозолей весьма неоднородны. Аэрозоли в чистых помещениях могут иметь совершенно различную природу – от клеток кожи до частиц кремния. Может изменяться как скорость воздуха в фильтрующем материале, так и диаметр волокон и плотность их упаковки. Доктора Лю и Ли (Lui and Lee) и их коллеги из Миннесотского университета (США) исследовали эти зависимости, некоторые из которых представлены на рис. 8.8 и 8.9. В целом результаты их работ позволяют считать, что правильнее говорить не о фиксированном значении MPPS, а о целом диапазоне размеров частиц с максимальной проникающей способностью – от 0,1 мкм и почти до 1 мкм.

ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЙ ФИЛЬТР КАК НАПРАВЛЯЮЩАЯ ВОЗДУШНОГО ПОТОКА

В большинстве конструкций высокоэффективных воздушных фильтров фильтрующий материал уложен в виде большого числа параллельных гофров – очень узких и глубоких. Типичный высокоэффективный воздушный фильтр с размерами 0,6 м × 1,2 м × 0,15 м (2 фута × 4 фута × 6 дюймов) содержит 140 – 190 таких гофров. При движении через гофры поток воздуха выравнивается и движется в одном направлении. Кроме того, сопротивление фильтровальной бумаги практически однородно, поэтому через каждый гофр движется примерно одинаковое количество воздуха. Эти два фактора – равномерность сопротивления фильтрующей среды и большое число гофров – приводят к однородности потока воздуха, выходящего из фильтра. Именно эта однородность позволяет сформировать однонаправленный поток воздуха, заставляющий малые частицы двигаться вдоль линий тока.

Однако само по себе использование высокоэффективных фильтров не гарантирует однонаправленности воздушного потока за ними. Для того чтобы обеспечить однонаправленный поток воздуха через все чистое помещение, необходимо применение и других устройств. Более того, в некоторых высокоэффективных фильтрах применяется укладка фильтрующего материала в виде V-образных блоков. Такие фильтры не предназначены для помещений с однонаправленным воздушным потоком.

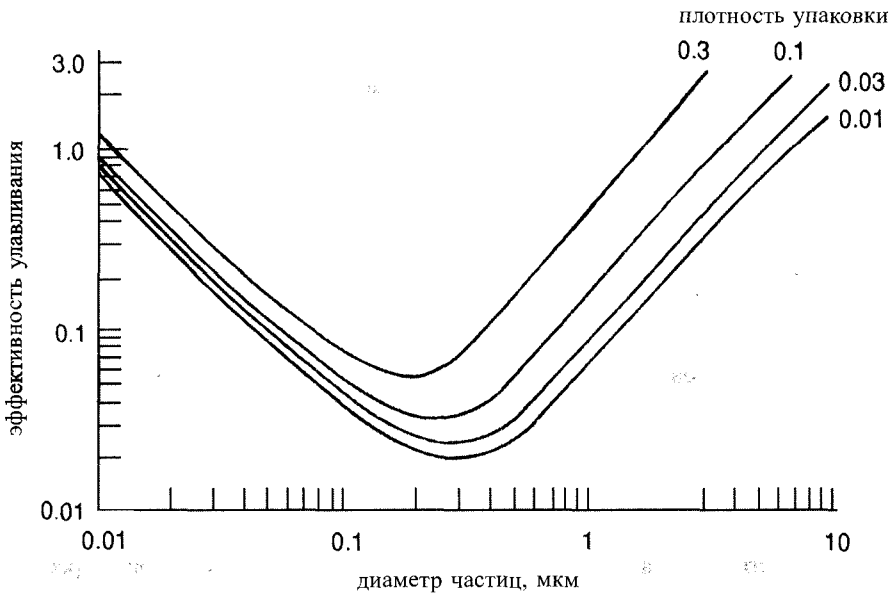


Рис. 8.8. Зависимость эффективности улавливания частиц от их размера для различной плотности упаковки волокон в фильтрующем материале с диаметром волокон 3 мкм и при скорости воздуха 10 см/с

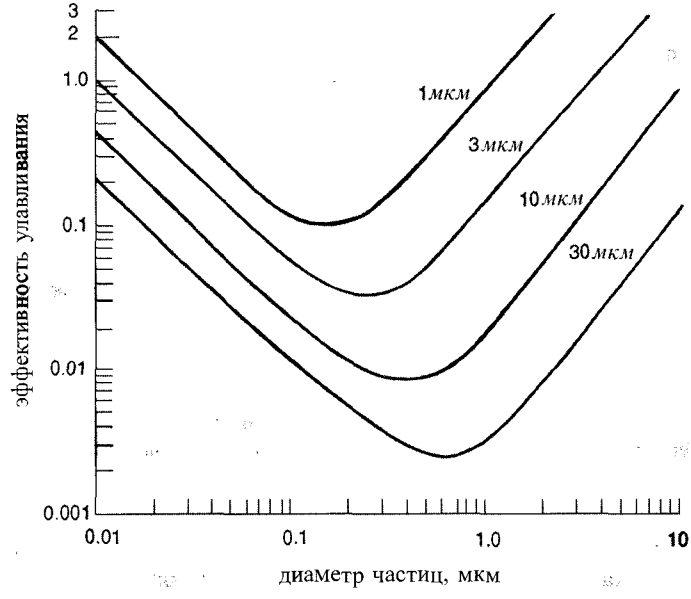


Рис. 8.9. Зависимость эффективности улавливания частиц от их размера для различных диаметров волокон в фильтрующем материале при плотности их упаковки 0,1 и скорости воздуха 10 см/с

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ВОЗДУШНЫХ ФИЛЬТРОВ

После изготовления высокоэффективных фильтров для определения эффективности фильтрации проводят их испытания с помощью тестового аэрозоля. Для этого разработано несколько стандартов. Ниже приводятся краткие характеристики самых распространенных из них.

Стандарт 282 вооруженных сил США

Этот метод испытаний используется для определения характеристик HEPA-фильтров и описан в стандарте вооруженных сил США Mil-Std 282 «Сопротивление фильтров и их проницаемость по DOP-аэрозолю». В стандарте приводится описание специальной установки, известной под названием пенетрометр[1] Q-107 и показанной на рис. 8.10. С помощью пенетрометра измеряется проскок аэрозоля через фильтр и его начальное сопротивление при номинальном расходе воздуха.

Начальный этап измерений заключается в генерации почти однородного по размеру аэрозоля (со счетным медианным диаметром около 0,12 мкм). При испытании типичного фильтра с производительностью 0,47 м^3/с (1000 фут^3/мин) на вход пенетрометра Q-107 подается поток наружного воздуха 0,57 м^3/с (1200 фут^3/мин), который затем делится на три параллельных потока 0,04 м^3/с (85 фут^3/мин), 0,125 м^3/с (265 фут^3/мин) и 0,4 м^3/с (850 фут^3/мин). Как видно на рис. 8.10, верхний воздуховод установки содержит блок нагревателей и резервуар с жидкостью, которая в дальнейшем будет переведена в аэрозольное состояние. Первоначально в качестве тестового вещества использовался диоктилфталат (DOP). Позднее DOP был занесен в список веществ, которые могут являться канцерогенами, и был заменен полиальфаолефином (PAO) или диоктилсебацинатом (DOS). Эти вещества не наносят ущерба здоровью, а при проведении измерений дают аналогичные результаты (при условии, что фотометр, входящий в состав установки, откалиброван именно по этим веществам). Центральный воздуховод содержит охлаждающий блок и нагревательные элементы. Воздух, проходя через верхний воздуховод, нагревается до температуры около 185°С, а затем через сопло направляется на поверхность жидкости в резервуаре, что приводит к интенсивному ее испарению. Далее потоки из верхнего и центрального воздуховодов объединяются, и пары жидкости охлаждаются, смешиваясь с холодным воздухом из центрального воздуховода. Получающиеся частицы аэрозоля имеют средний диаметр 0,3 мкм при температуре среды около 22°С. При повышении или понижении температуры меняется и диаметр образующихся частиц, что создает возможность управления процессом генерации аэрозоля. После этого общий поток из верхнего и центрального воздуховодов соединяется с оставшимся воздухом из нижнего воздуховода (0,4 м^3/с). Для эффективного перемешивания потока воздуха как до, так и после фильтра установлены дефлекторы.

С помощью фотометра измеряют концентрацию аэрозоля до фильтра и, если она находится в пределах от 80 мг/м^3 до 100 мг/м^3, принимают измеренную величину за 100%. Далее измеряют концентрацию аэрозоля после фильтра (за дефлекторами, чтобы

[1] Пенетрометр (penetrometer) – установка для определения проницаемости фильтра. Проницаемость или коэффициент проскока *(P, %)* – характеристика фильтра или фильтрующего материала, равная процентному отношению концентрации частиц после фильтра $N_п$ к концентрации частиц до фильтра $N_д$ *(Прим. ред.)*.

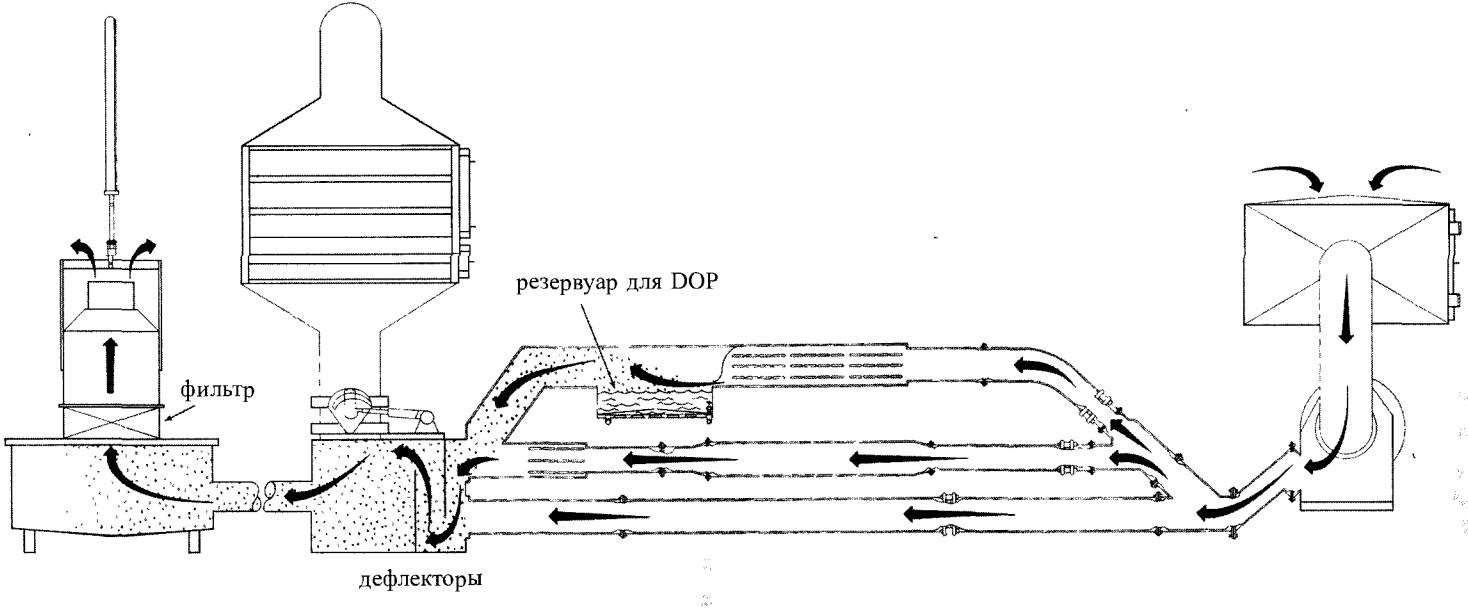


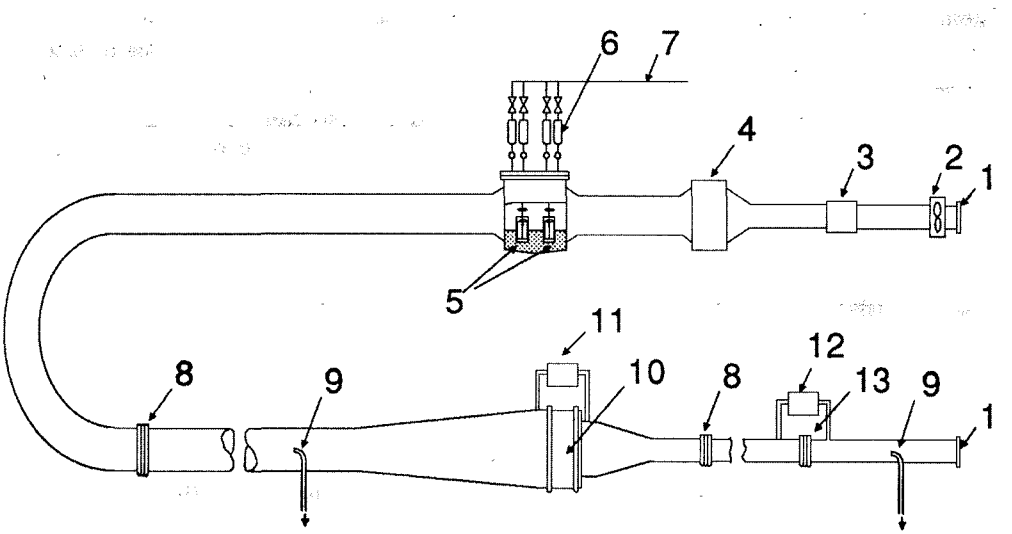
Рис. 8.10. Схема пенетрометра Q-107, используемого в стандарте Mil-Std 282

обеспечить равномерное распределение прошедших через фильтр частиц по всему потоку) и сравнивают ее с концентрацией до фильтра. Процентное соотношение этих величин соответствует величине проскока (проницаемости), а разность 100% и значения проницаемости равна эффективности фильтра.

Использование пламенного фотометра и аэрозолей NaCl (Eurovent 4/4 и стандарт 3928 Великобритании)

В этом европейском стандарте для испытания HEPA-фильтров используются частицы хлористого натрия в диапазоне размеров от 0,02 мкм до 2 мкм с массовым медианным диаметром 0,6 мкм.

Схема установки для испытания показана на рис. 8.11. Для получения тестового аэрозоля водный раствор NaCl распыляется в воздухе, после чего вода испаряется. Большинство крупных капель задерживается дефлекторами (отбойниками), расположенными вокруг распылителей, стекает по ним и направляется в дренаж, а оставшиеся частицы поступают в основной воздушный поток. Частицы хлористого натрия в потоке тщательно перемешиваются с помощью специальных концентрических дефлекторов, расположенных в воздуховоде по ходу потока за распылительной камерой. Размеры воздуховода и влажность воздуха подбираются таким образом, чтобы практически полностью высушить аэрозоль, прежде чем поток достигнет перемешивающих дефлекторов, и обеспечить полное испарение воды до его входа в фильтр.



1 – регулятор воздушного потока
2 – вентилятор
3 – нагреватель
4 – входной фильтр
5 – распылители
6 – расходомеры
7 – подача сжатого воздуха
8 – перемешивающие дефлекторы
9 – пробоотборные трубки
10 – тестируемый фильтр
11 – измеритель перепада давления
12 – манометр для измерения скорости воздушного потока
13 – диафрагма

Рис. 8.11. Схема установки для испытания фильтров аэрозолями хлористого натрия

Частицы хлористого натрия, прошедшие тестируемый фильтр, равномерно распределяются по сечению воздушного потока с помощью дополнительных дефлекторов и диафрагмы. Диафрагма и манометр предназначены для измерения скорости воздушного потока. Постоянный отбор проб воздуха производится по ходу потока за диафрагмой с помощью пробоотборной трубки, ориентированной коаксиально оси воздуховода и открытым концом навстречу потоку воздуха. Отобранная проба воздуха перемешивается с дозированным количеством метана (необходимого для дальнейшего сжигания) и поступает в камеру сгорания пламенного фотометра. При горении в пламени метана частицы NaCl излучают желтый свет, характерный для натрия. Пройдя оптическую систему, свет попадает на покрытую CdS чувствительную площадку фотоэлемента, подключенного к микроамперметру. Сигнал с фотоэлемента при отсутствии в потоке частиц хлористого натрия (т. н. «нейтральное» пламя) принимается за «нулевой» уровень. Появление в пламени частиц NaCl приводит к росту показаний микроамперметра, величину которых можно пересчитать в значение проницаемости фильтра с помощью калибровочной кривой, снятой при работе с известными концентрациями хлористого натрия. По величине проницаемости легко вычислить эффективность фильтра.

Функция распределения частиц хлористого натрия по размерам очень близка к аналогичной кривой для тестового аэрозоля, используемого в стандарте Mil-Std 282, поэтому оба метода испытаний фильтров дают очень близкие результаты. Сравнение результатов измерений, полученных с помощью этих двух методов на одинаковых фильтрах, приведено в табл. 8.1.

Таблица 8.1. Сравнение значений проницаемости фильтрации, измеренной по стандарту Mil-Std 282 и с использованием пламенного фотометра

Проницаемость, %	
Стандарт вооруженных сил США Mil-Std 282	Метод пламенного фотометра и аэрозолей NaCl
0,003	0,001
0,01	0,05
5,0	4,2

Практические рекомендации IEST «Определение характеристик ULPA-фильтров»

Международный институт окружающей среды и технологий (IEST) разработал «Практические рекомендации по определению характеристик ULPA-фильтров» (IEST-RP-CC-007). В них для определения эффективности ULPA-фильтров рекомендуется использовать лазерный счетчик частиц, который удобен в работе и с высокой точностью и воспроизводимостью способен измерять концентрацию и размеры аэрозольных частиц с диаметром менее 0,3 мкм. В случае необходимости расширить диапазон измеряемых размеров в область меньших диаметров частиц можно использовать счетчик ядер конденсации (condensation nuclei counter – CNC).

Установка состоит из входного фильтра, вентилятора, генератора аэрозолей, воздуховодов и площадки для крепления тестируемого фильтра, а также системы пробоотбора как до, так и после фильтра, приборов для измерения расхода воздуха и перепада

давления и оптических счетчиков аэрозолей. Воздух, нагнетаемый в систему с помощью вентилятора, должен быть очищен с помощью HEPA или ULPA-фильтра. В соответствии с рекомендациями, величина фоновой концентрации частиц не должна превышать 5% от концентрации тестового аэрозоля, который вводится в поток воздуха из генератора, тип которого может выбрать пользователь. Распространенным решением является генератор, использующий сопло Ласкина для распыления жидких веществ с помощью сжатого воздуха. Для генерации аэрозолей глобулированного сферического латекса из водной суспензии часто применяются ультразвуковые увлажнители воздуха.

Выбор вещества тестового аэрозоля оставляется на усмотрение пользователя, но это вещество должно обладать определенными оптическими свойствами, указанными в рекомендациях. В описываемом методе тестовый аэрозоль обычно является полидисперсным, поскольку оптические счетчики частиц могут определять не только концентрацию, но и размеры частиц, в отличие от пенетрометра Q-107, который может проводить измерения только монодисперсного аэрозоля. Расход воздуха определяется с помощью калиброванной диафрагмы, сопла или других измеряющих расход приборов. Для измерения аэрозолей можно использовать как один счетчик частиц, проводя измерения последовательно до и после фильтра, так и два счетчика, одновременно измеряющих концентрацию частиц до и после фильтра. В любом случае счетчик должен обеспечивать одинаковую объемную скорость пробоотбора как в точке до фильтра, так и после него. Поток воздуха перед точками пробоотбора до и после фильтра должен быть равномерно перемешен, например, с помощью дефлекторов, установленных внутри воздуховода. При отборе пробы до фильтра концентрация аэрозолей может быть очень высокой; в этом случае необходимо применение разбавителя. Измеренная величина концентрации аэрозолей после фильтра, деленная за значение концентрации до фильтра (с учетом разбавления), соответствует величине проницаемости (проскока) для каждого диапазона размеров. Эта же величина, вычтенная из единицы и умноженная на 100%, будет равна значению эффективности. Описанная в рекомендациях система испытаний обеспечивает определение эффективности фильтрации для размеров частиц в диапазоне от 0,07 мкм до 3,0 мкм. С помощью компьютера данные измерений можно представить как в табличной, так и в графической форме. Чувствительность этого метода намного выше, чем при использовании пенетрометра Q-107 (который применяется для HEPA-фильтров), что и позволяет измерять с его помощью эффективность ULPA-фильтров. Описанный метод можно использовать и для измерения характеристик HEPA-фильтров, однако следует иметь в виду, что полученные результаты будут отличаться от результатов, измеренных с помощью пенетрометра Q-107.

Европейский стандарт EN 1822

Этот стандарт, в основе которого лежит стандарт DIN 24183 Германии, рекомендуется как для HEPA, так и для ULPA-фильтров и описывает метод определения эффективности фильтров, а также их классификацию.

Стандарт EN 1822 состоит из пяти частей:

- Часть 1. Классификация, характеристики, маркировка.
- Часть 2. Генерация аэрозолей, измерительные приборы, статистическая обработка измерений.
- Часть 3. Измерение характеристик плоского образца фильтрующего материала.

- Часть 4. Испытание фильтра на утечку (метод сканирования).
- Часть 5. Измерение эффективности фильтра в целом.

Важной отличительной особенностью стандарта по сравнению с методами, описанными выше, является предварительное определение размера частиц с максимальной проникающей способностью (MPPS) для образца фильтрующей среды испытуемого фильтра, и проведение измерений эффективности фильтра для частиц именно этого размера. Как уже отмечалось выше, для каждого фильтра существует размер частиц, которые проходят через него с наименьшими потерями, причем этот размер определяется такими переменными параметрами, как дисперсный состав волокон фильтрующей среды, плотность их упаковки и скорость воздуха. Поэтому измерение эффективности фильтра для наиболее проникающих частиц логически обосновано. Размер MPPS обычно находится в диапазоне от 0,1 мкм до 0,3 мкм.

Первый этап определения эффективности фильтра по стандарту EN 1822 состоит в определении MPPS для плоского образца фильтрующего материала фильтра. Измерения производятся при скорости воздушного потока, соответствующей скорости воздуха в фильтре, работающем в номинальном режиме. Затем определяется эффективность всего фильтра.

Фильтр целиком помещается в установку для тестирования, после чего вся поверхность фильтрующей среды фильтра сканируется с целью обнаружения течей через дефекты (точечные отверстия) в фильтрующей среде. При этом для каждой течи (каждого дефекта) измеряется величина локальной эффективности (или локальной проницаемости). Путем суммирования этих значений вычисляют величину общей эффективности или проницаемости фильтра. Альтернативным методом определения суммарной эффективности является прямое измерение концентрации частиц до и после фильтра. В этом случае пробоотборное устройство устанавливается неподвижно в потоке воздуха за фильтром.

На основе значений общей и локальной эффективности фильтрации, полученных для наиболее проникающих частиц, производится классификация фильтра. Классы высокоэффективных фильтров охарактеризованы в табл. 8.2.

Таблица 8.2. Классификация фильтров по стандарту EN 1822[1]

Класс фильтра	Интегральное значение		Локальное значение	
	эффективность, %	коэффициент проскока, %	эффективность, %	коэффициент проскока, %
H 10	85	15	–	–
H 11	95	5	–	–
H 12	99,5	0,5	97,5	2,5
H 13	99,95	0,05	99,75	0,25
H 14	99,995	0,005	99,975	0,025
U 15	99,999 5	0,000 5	99,997 5	0,002 5
U 16	99,999 95	0,000 05	99,999 75	0,000 25
U 17	99,999 995	0,000 005	99,999 9	0,000 1

[1] Классификация фильтров по стандарту европейскому EN 1822 соответствует классификации по ГОСТ Р 51251-99 «Фильтры очистки воздуха. Классификация. Маркировка» *(Прим. ред.)*.

Сканирование поверхности высокоэффективных воздушных фильтров

Воздух, который подается в турбулентно вентилируемое чистое помещение через потолочные диффузоры, очень эффективно смешивается с воздухом чистого помещения. В этом случае допускается наличие в фильтрах нескольких точечных дефектов – разумеется, если их общая площадь не настолько велика, чтобы снизить общую эффективность системы фильтрации и повлиять на требуемый класс чистоты воздуха. Такой подход возможен, поскольку небольшое количество частиц, прошедших через фильтр, достаточно равномерно распределится в воздухе чистого помещения.

Однако для систем с однонаправленным воздушным потоком такой подход неправомерен, так как в этом случае поток воздуха может перенести все частицы, прошедшие через точечный дефект в фильтре, непосредственно к продукции или месту проведения рабочих операций. Для того чтобы перемешать поступающие через дефект *загрязнения с чистым воздухом, прошедшим фильтр, нужно либо значительное* расстояние, либо какой-нибудь метод возмущения потока, например, применение дефлекторов. Установка дефлектора в однонаправленном потоке бессмысленна. Таким образом, вполне возможно, что продукт или процесс, требующий отсутствия частиц, может оказаться прямо в потоке воздуха из точечного дефекта и подвергнуться загрязнению.

Уже на заре технологии чистых помещений разработчики осознали проблему точечных дефектов и предложили метод сканирования лицевой поверхности блока установленных фильтров, который позволяет обнаружить не только дефекты в фильтрующем материале, но и неплотности и протечки в прокладках и системе крепления фильтров. Этот метод рассматривается ниже, в разделе «контроль установленных фильтров». Производители высокоэффективных фильтров, столкнувшись с перспективой обнаружения в ходе таких проверок дефектов, которые не были выявлены при измерении общей эффективности с помощью пенетрометра Q-107, были вынуждены разработать специальные установки для сканирования фильтров, предназначенных для чистых помещений. Со временем этот метод испытания фильтров из необязательной, дополнительной процедуры превратился в промышленный стандарт, описанный в практических рекомендациях IEST-RP-CC-001 «HEPA и ULPA-фильтры». Хотя в рекомендациях IEST приводятся методики проверки фильтров для различных значений общей эффективности, заказчики обычно требуют провести проверку фильтров тем же способом (возможны лишь незначительные послабления), который будет использоваться при контроле уже смонтированных фильтров. В рекомендациях IEST описываются способы проверки с помощью фотометров и счетчиков частиц. Обе процедуры рассмотрены ниже.

Использование фотометра. На рис. 8.12 показаны три блока, которые обязательно должны входить в состав установки для сканирования фильтра при его производстве – генератор, испытательный стенд с вентилятором и фотометр. Чаще всего в качестве генератора используют распылитель, в котором сжатый воздух под давлением 138 – 172 кПа подается в резервуар с жидкостью через сопло (или сопла) Ласкина.

Такой аэрозоль является полидисперсным в отличие от монодисперсного аэрозоля, который генерируется в пенетрометре Q-107. Функция распределения частиц аэрозолей по размерам слабо зависит от распыляемой жидкости. Для диоктилфталата (DOP) при указанных выше давлениях получается примерно следующее распределение частиц по массе:

- 99% частиц менее 3 мкм
- 95% частиц менее 1,5 мкм
- 92% частиц менее 1 мкм
- 50% частиц менее 0,72 мкм
- 25% частиц менее 0,45 мкм
- 10% частиц менее 0,35 мкм

Установки для испытания фильтров могут отличаться размерами и дизайном, но их основные узлы все равно будут соответствовать элементам, показанным на рис. 8.12. Существенным свойством любой подобной установки является качественное перемешивание DOP-аэрозоля в воздушной камере стенда для получения на входе фильтра однородного тестового потока. Важную роль играет кожух или дефлектор, устанавливаемый со стороны выхода воздушного потока из фильтра. Он препятствует проникновению в пробоотборник частиц из окружающего фильтр пространства, что могло бы исказить результаты проверки. Перед испытаниями фильтр закрепляется между воздушной камерой стенда и кожухом (дефлектором). Для некоторых испытаний фильтр может устанавливаться внутри воздушной камеры (выходной плоскостью наружу). Такое крепление позволяет проверить не только фильтрующую среду и ее герметичность по отношению к корпусу фильтра, но и герметичность самого корпуса.

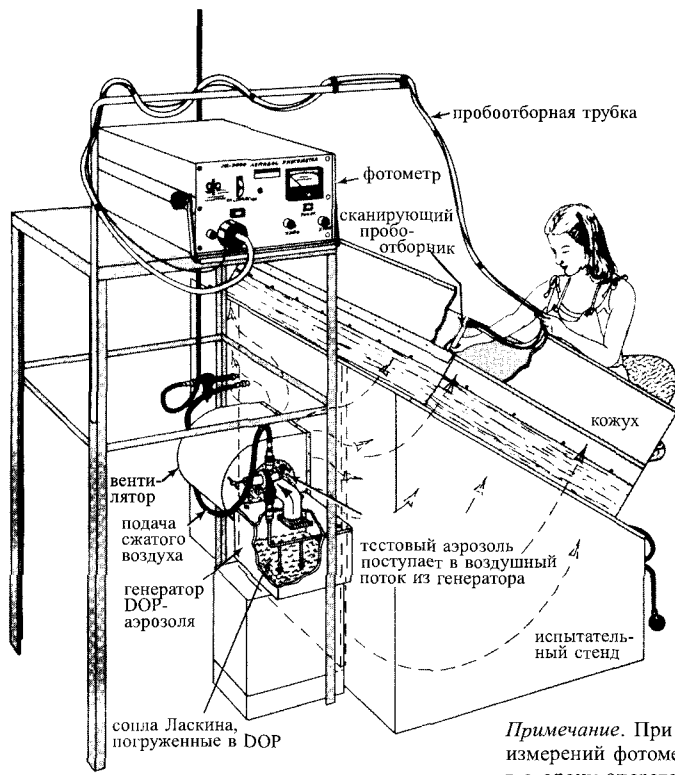


Рис. 8.12. Установка для детектирования точечных дефектов в фильтре

В старых моделях фотометров оператор устанавливал «нулевую точку», относительно которой в дальнейшем велся отсчет, размещая пробоотборник в потоке воздуха за испытуемым фильтром. Современные фотометры имеют для этих целей собственный встроенный фильтр. Следующим шагом является измерение концентрации аэрозоля до фильтра. Для этого в воздушной камере стенда имеется специальное отверстие. Если измеренная величина окажется недостаточной, проводят коррекцию режима работы генератора, увеличивая давление воздуха на его входе до тех пор, пока концентрация аэрозоля до фильтра не достигнет требуемой величины. После этого фильтр сканируется пробоотборником сначала по периметру, а затем по всей поверхности фильтрующего элемента таким образом, чтобы области, проверяемые пробоотборником, перекрывались. Фотометр должен фиксировать все протечки, концентрация частиц в которых более 0,01% от значения концентрации аэрозоля до фильтра.

Иногда фильтры, успешно прошедшие сканирование, неправильно называют «нулевыми» или «фильтрами 99,99», ошибочно полагая, что их интегральная эффективность должна быть выше 99,97%. Как указывалось выше, при сканировании за «нулевую точку» принимают концентрацию частиц в потоке воздуха за испытуемым фильтром. Таким образом, процедура сканирования может дать аналогичный результат и при тестировании фильтра с более низкой эффективностью – относительные отсчеты не имеют никакого отношения к интегральной эффективности. Сейчас в некоторые фотометры для получения «нулевой» точки встраивают HEPA-фильтры, но методика измерения с их помощью не вошла ни в один из распространенных нормативных документов. В целом можно сказать, что сканирование является дополнением к измерению интегральной эффективности, а не заменяет его.

Использование оптических счетчиков частиц. Этот метод сканирования практически идентичен описанному выше, кроме того, что в качестве основного измерительного прибора вместо фотометра используется оптический счетчик частиц. Чаще всего такой метод используется для тестирования ULPA-фильтров, но с не меньшим успехом его можно применять и для HEPA-фильтров. На вход фильтра подается тестовый аэрозоль, а на выходе вся поверхность фильтра сканируется пробоотборником – как и в предыдущем случае – таким образом, чтобы проверяемые области перекрывались. В ходе испытаний требуется измерить концентрацию частиц до фильтра. Эта операция часто вызывает трудности, так как значение концентрации аэрозолей до фильтра может лежать вне рабочего диапазона счетчика, измеряющего концентрацию частиц после фильтра. Существует три способа решения этой проблемы. Первый заключается в разработке и использовании разбавителя при отборе проб до фильтра. Перед проведением измерений необходимо проверить кратность разбавления и стабильность работы разбавителя. Процедура такой проверки описана в рекомендациях IEST-RP-CC-007. Второй способ предполагает использование для измерений до фильтра второго счетчика аэрозолей с небольшим расходом воздуха и, соответственно, возможностью измерения высоких концентраций частиц. В третьем способе для этой цели применяется фотометр, однако предварительно необходимо исследовать соответствие между показаниями счетчика частиц и фотометра. Этот способ используется для специальных испытаний.

Метод сканирования фильтра с помощью оптического счетчика аэрозолей чрезвычайно чувствителен, поэтому он лучше всего подходит для измерений внутри чистых помещений. В обычных же условиях любое попадание частиц в поток за фильтром будет рассматриваться как обнаружение дефекта, что может увеличить продолжительность

измерений из-за необходимости повторной проверки мнимых дефектов. Очень важен правильный выбор величины, превышение которой считается протечкой (дефектом). Так, выбор в качестве предела одной частицы приведет к высокой вероятности регистрации мнимых протечек и возможности пропустить реальные дефекты. В таких случаях лучше повысить на порядок концентрацию аэрозолей до фильтра и выбрать в качестве предельной величины 10 частиц.

При использовании оптических счетчиков частиц выбор материала аэрозоля чаще всего определяется требованиями заказчика. Например, в полупроводниковой промышленности эмиссия газов из фильтров является критическим фактором, поэтому там недопустимо использование жидких тестовых аэрозолей. Наиболее распространенным решением является применение глобулированного полистиролового латекса, выпускаемого в виде суспензии твердых сферических частиц в воде. В качестве генератора аэрозолей в этом случае используется ультразвуковой распылитель (увлажнитель воздуха). Он создает туман из мельчайших капелек воды, содержащих частицы латекса. Остающиеся после испарения воды твердые сферические частицы используются в качестве тестового аэрозоля. Распределение этих частиц по размерам соответствует размеру исходных частиц в использованной суспензии. Обычно диаметр частиц латекса находится в диапазоне от десятых долей микрона до нескольких микрон.

Полупроводниковая промышленность отличается и более жесткими требованиями к величине локальных протечек в ULPA-фильтрах, приближая их значение к величине интегральной проницаемости ULPA-фильтров. При современном технологическом уровне экономически оправдано значение допустимой протечки в 0,001%, но европейский стандарт уже установил для наиболее эффективных фильтров величину 0,0001%. Для регистрации таких значений необходимо использовать оборудование для автоматического сканирования (с отслеживанием координат пробоотборного устройства и поддержанием постоянной скорости сканирования), лазерные счетчики аэрозолей с выходом на компьютер и возможностью измерения очень малых скоростей отсчета частиц, а сама процедура сканирования фильтра должна проводиться в чистом помещении. Только подобное оборудование дает возможность обеспечить чувствительность к протечкам в 0,001% (по сравнению с предельной чувствительностью фотометров в 0,01%), что соответствует интегральной эффективности ULPA-фильтров 99,9999%.

Если в ходе сканирования HEPA-фильтра его измеренная эффективность оказалась равна, например, 99,99%, то это означает, что в нем нет точечных дефектов (проколов), трещин или неоднородностей, которые создают протечки более 0,01%. Измеренную этим методом эффективность HEPA-фильтра невозможно сравнивать с результатами измерений по стандарту Mil-Std 282, поскольку они отличаются буквально всем, включая распределения по размерам и концентрацию частиц тестового аэрозоля.

Практические рекомендации IEST «HEPA и ULPA-фильтры»

Международный институт окружающей среды и технологий (IEST) разработал практические рекомендации «HEPA и ULPA-фильтры» (IEST-RP-CC-001), в которых описаны наиболее часто применяемые при их производстве материалы и приводятся типичные требования к характеристикам фильтров в зависимости от области применения. Кроме того, в этом документе все фильтры разделены на группы в соответствии с особенностями их конструкции:

- *Группа 1.* Фильтры этой группы должны соответствовать всем требованиям к конструкции и материалам, предъявляемым спецификацией Mil-F-551068 армии США. Удовлетворяющие этим требованиям фильтры используются в системах безопасности ядерных установок. В настоящее время армия США отказалась от этих требований и заменила их на нормативный документ ASME AG-1 «Принципы обращения с воздухом и газами в ядерных установках», который должен применяться к указанным в нем объектам. По-видимому, в дальнейших версиях рекомендаций IEST это расхождение будет снято.

- *Группа 2.* В группу входят фильтры, удовлетворяющие требованиям лабораторных испытаний, разработанных страховыми компаниями (Underwriters' Laboratories Test UL-586), в соответствии с которыми конструкция фильтра должна обладать способностью противостоять огню, обеспечивая почти полное сохранение эффективности при фильтрации сильно нагретого воздуха или в случае пожара. Тест UL-586 рассматривается как квалификационные испытания конструкции (design qualification test). Соответствие фильтров условиям теста UL-586 содержится в требованиях документов Mil-F-551068 и ASME AG-1, но не является единственным. По рекомендациям же IEST фильтры группы 2 могут удовлетворять только одному этому требованию. Такие фильтры могут использоваться в системах безопасности, предназначенных для предотвращения выбросов загрязняющих веществ в окружающую среду.

- *Группа 3.* Фильтры третьей группы должны соответствовать требованиям класса 1 нормативного документа UL-900. Это означает, что фильтр должен быть выполнен из стойких к огню материалов, выделяющих при нагревании или воздействии пламени минимальное количество дыма. Такое требование гарантирует определенный уровень безопасности для персонала, находящегося в зоне сервисного обслуживания фильтров. HEPA и ULPA-фильтры для чистых помещений обычно относятся именно к этой группе.

- *Группа 4.* Требования к фильтрам этой группы соответствуют классу 2 нормативного документа UL-900, т. е. являются менее суровыми по отношению к огнестойкости. При воздействии открытого пламени или при фильтрации нагретого воздуха допускается выделение некоторого количества дыма. К четвертой группе, как правило, относятся фильтры, которые используются в системах отопления, вентиляции и кондиционирования воздуха обычных зданий.

- *Группа 5.* Включает фильтры, удовлетворяющие требованиям заводской нормативной документации, предполагающим их пожаробезопасность, но не содержащих требований по дымообразованию. Такие фильтры испытываются после их монтажа в систему крепления на каркасе потолка, при этом сам фильтр и устройства его крепления рассматриваются как единая система. Подобное требование часто содержится в спецификациях на чистые помещения с однонаправленным воздушным потоком.

В рассматриваемых «Рекомендациях IEST» HEPA и ULPA-фильтры разделены на шесть типов в соответствии со своими характеристиками. Интегральная эффективность определяется с помощью пенетрометра Q-107 или оптического счетчика частиц. Для каждой группы указываются характеристики фильтров и рекомендуемый метод сканирования. Указанные требования приведены в табл. 8.3.

Таблица 8.3. Типы высокоэффективных фильтров

Тип	Метод определения эффективности		Метод сканирования		Минимальная эффективность (%)
	Документ	Аэрозоль	Прибор	Аэрозоль	
A	Mil-Std 282	DOP	–	–	99,97 для 0,3 мкм
B	Mil-Std 282	DOP при 2 скоростях	–	–	99,97 для 0,3 мкм
C	Mil-Std 282	DOP	фотометр	полидисперсный	99,99 для 0,3 мкм
D	Mil-Std 282	DOP	фотометр	полидисперсный	99,999 для 0,3 мкм
E	Mil-Std 282	DOP при 2 скоростях	фотометр	полидисперсный	99,97 для 0,3 мкм
F	IEST-RP-CC-007	по выбору	счетчик частиц	полидисперсный	99,999 для 0,1–0,2 мкм

Примечание. Вместо указанного для стандарта Mil-Std 282 диоктилфталата (DOP) допускается использование других веществ, если известна их применимость в качестве тестового аэрозоля.

Измерение эффективности при двух скоростях и инкапсуляция

Величина локальной протечки через точечный дефект в фильтрующем материале возрастает при снижении скорости воздуха, поскольку сопротивление потоку воздуха через точечный дефект пропорционально квадрату скорости воздуха, а сопротивление при прохождении воздуха через фильтрующий материал близко к линейной функции. Таким образом, если поток воздуха составляет 20% от номинальной величины, протечки через точечные дефекты должны быть примерно в 25 раз больше (в процентном отношении к общему потоку), чем в случае номинального потока.

Совершенствование критериев приемки для отдельных компонентов чистых помещений привело к пониманию необходимости получения в некоторых случаях максимально полной информации о точечных дефектах в высокоэффективных воздушных фильтрах. Чтобы избежать чрезмерных затрат времени на проведение измерений эффективности фильтров и роста цен на фильтры из-за дополнительных испытаний при их производстве, была предложена процедура испытаний при двух скоростях. Суть ее заключается в проведении измерений эффективности сначала при номинальном расходе воздуха по ASME AG-1, а затем при потоке воздуха, составляющем 20% от номинальной величины. Измерения при 20%-ном расходе воздуха позволяют обнаружить увеличение суммарной проницаемости из-за дефектов, которые были пропущены в процессе тестирования при номинальном расходе. Хотя при подобных измерениях невозможно ни обнаружить все дефекты, ни определить их координаты, 20%-ный тест является эффективным инструментом для увеличения суммарной эффективности фильтра.

Одновременно с разработкой 20%-ного теста была предложена еще одна модификация процедуры испытаний – усовершенствование кожуха, устанавливаемого со стороны выхода воздушного потока из фильтра (см. рис. 8.13). Ранее при измерении эффективности фильтра тестировались лишь фильтрующий элемент и его герметичность относительно корпуса фильтра. Практический опыт показал, что в HEPA-фильтрах возможны утечки через корпус фильтра, вызванные дефектами заводского уплотнения, трещинами в корпусе *или* утечками через материал корпуса. Инкапсуляция фильтра, т. е. его размещение в кожухе, закрывающем весь фильтр (кроме входной плоскости), позволяет при измерении суммарной эффективности обнаружить любую протечку через корпус, его углы и стыки деталей.

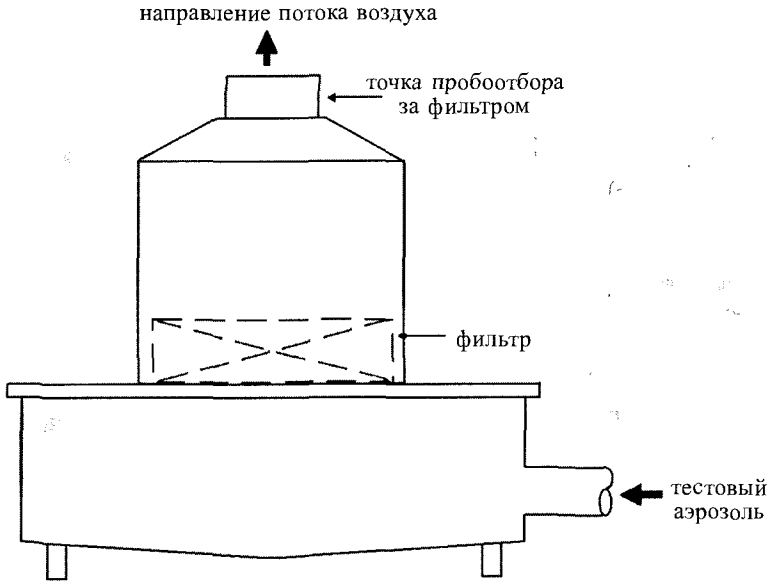


Рис. 8.13. Кожух со стороны выхода воздушного потока из фильтра

В настоящее время метод измерения эффективности при двух скоростях является обязательным в атомной промышленности США. В классификации IEST-RP-CC-001 такие фильтры относятся к типу B. В некоторых применениях, связанных с биологической опасностью и требующих чрезвычайных мер предосторожности, двухскоростной тест также является обязательным, причем вместе со сканированием. Подобные фильтры по IEST-RP-CC-001 соответствуют типу E.

КРЕПЛЕНИЕ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ВОЗДУШНЫХ ФИЛЬТРОВ

Высокоэффективный фильтр, покидающий пределы завода, где он был изготовлен и прошел испытания, имеет характеристики, соответствующие своему назначению. Если он был правильно упакован и транспортирован и если монтаж на месте проводился квалифицированным специалистом, имеющим опыт работы с легко повреждаемым фильтрующим материалом, то неизменность характеристик фильтра сохраняется.

Для того чтобы предупредить проникновение неотфильтрованного воздуха в чистое помещение, фильтр должен быть установлен с помощью хорошо спроектированной системы уплотнения. Конструкция крепления должна обеспечивать бесшумную работу, а особое внимание следует уделить способу герметизации посадочного места фильтра. Обычно при креплении фильтров используются неопреновые прокладки, как это иллюстрирует рис. 8.14. При установке фильтра в посадочное место прокладка сдавливается, одновременно уплотняя плоскую поверхность корпуса и предотвращая проникновение загрязненного воздуха за фильтр. Данный способ обычно дает положительный эффект, но возможная деформация корпуса фильтра при транспортировке или монтаже, а также

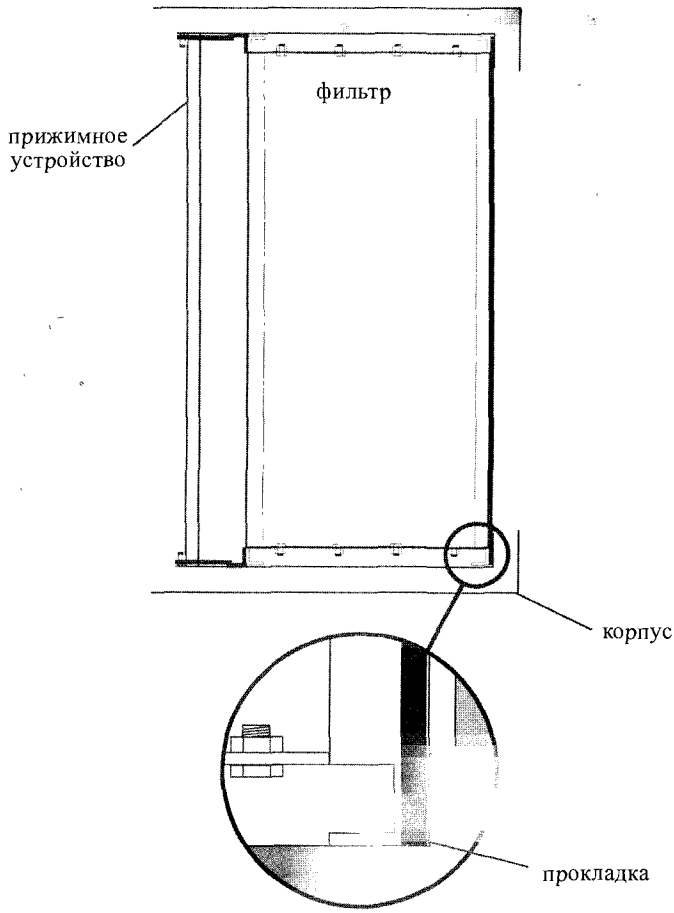


Рис. 8.14. Обычный способ герметизации с помощью неопреновой прокладки

использование некачественных или старых прокладок могут привести к возникновению неплотностей и утечек. Решить эти проблемы можно только при использовании тщательно спроектированной системы крепления.

Проверка допустимой утечки через уплотнение

В этом методе в посадочное место фильтра помещается специальная прокладка, показанная на рис. 8.15, после чего устанавливается фильтр и проводится тестирование. В воздушный канал внутри прокладки нагнетается воздух до определенного давления (обычно 2000 Па). Затем измеряется количество воздуха, которое необходимо дополнительно подавать в прокладку, чтобы поддерживать давление на достигнутом уровне. Таким способом можно определить максимальную величину утечки и, тем самым, легко обнаружить любые проблемы в уплотнении между фильтром и системой его крепления.

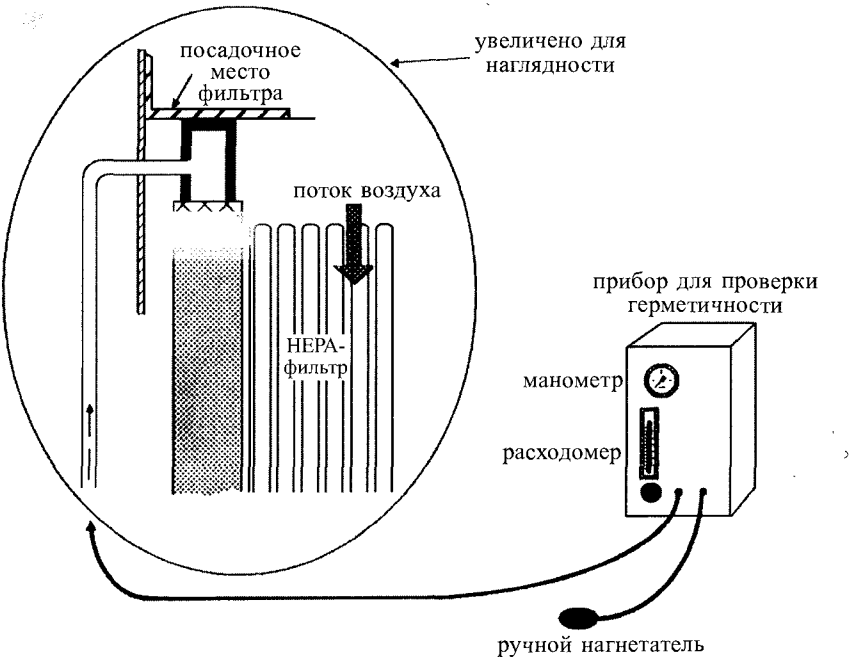


Рис. 8.15. Метод проверки утечки через уплотнение

Применение жидких герметиков

Рис. 8.16 – 8.18 иллюстрируют примеры реализации этого метода. На рис. 8.16 показан фильтр, в корпусе которого имеется канал для жидкого герметика, соответствующий механизму крепления, который применяется в обычных вентиляционных системах. Такой механизм обычно устанавливается в воздуховодах приточной вентиляции. В данном случае он дополнительно снабжен острой кромкой, которая сопряжена с каналом на корпусе фильтра. Кромка погружается в жидкий герметик, обеспечивая идеальную изоляцию, при этом герметик не вытекает из канала наружу. Утечка воздуха через такое уплотнение невозможна.

На рис. 8.17 представлена система крепления фильтра на потолке или в чистом помещении со смешанным потоком воздуха. Фильтр снабжен по периметру каналом для жидкого герметика и устанавливается со стороны чистого помещения.

На рис.8.18 показан каркас подвесного потолка, в котором выполнен канал для жидкого герметика и крепления фильтров. Эта система предназначена для чистых помещений с однонаправленным воздушным потоком.

Почти всегда в подобных случаях используют термин «жидкий герметик». Однако обычно подразумевается вещество в виде геля, который в действительности представляет собой отвердевшую, желеобразную массу. Этим материалом (силиконовым или полиуретановым компаундом) заливают канал на корпусе фильтра или каналы в каркасе потолка, после чего герметик переходит в гелеобразное состояние – «желируется». Преимуществом при использовании гелей является возможность легкого демонтажа фильтров и их замены при сохранении почти 100%-ной надежности уплотнений.

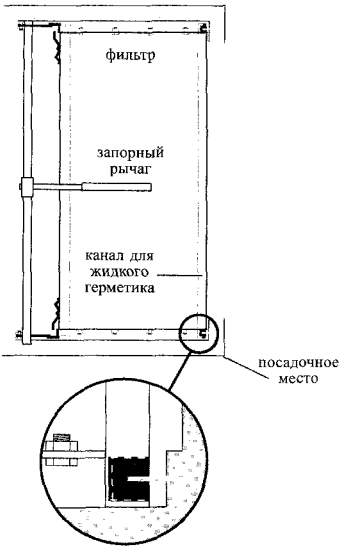


Рис. 8.16. Фильтр с каналом для жидкого герметика

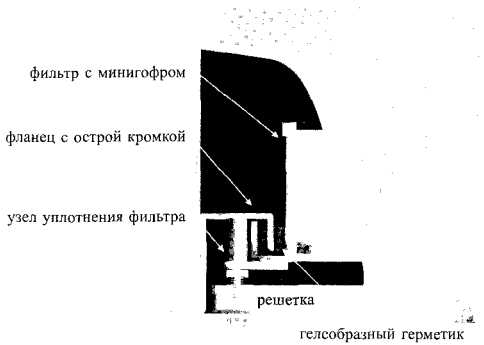


Рис. 8.17. Фильтр с каналом для жидкого герметика, рассчитанный на применение в турбулентно вентилируемом помещении и монтаж со стороны чистого помещения

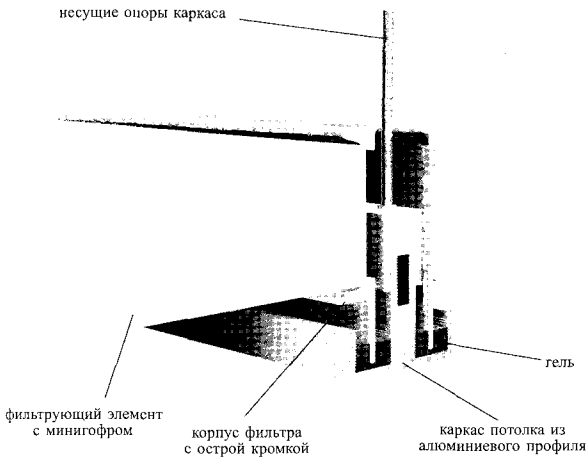


Рис. 8.18. Каркас подвесного потолка с каналом для жидкого герметика

КОНТРОЛЬ УСТАНОВЛЕННЫХ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ФИЛЬТРОВ

Требования, выдвинутые атомной промышленностью и индустрией чистых помещений, привели к обязательному тестированию высокоэффективных фильтров на заводах-изготовителях. Однако практика показывает, что фильтры, прошедшие заводские испытания, не всегда прибывают к месту своего назначения, минуя неприятности. В процессе *доставки и различных перемещений фильтры могут получить повреждения,* а после монтажа на их эффективность могут негативно влиять неплотности системы крепления. Поэтому неудивительно, что пользователи чистых помещений могут потребовать подтверждения заявленных характеристик в процессе эксплуатации, причем как для самих высокоэффективных фильтров, так и для системы их крепления. Чтобы убедиться в правильности монтажа, установленные в чистом помещении высокоэффективные фильтры испытывают как методом интегрального пробоотбора, так и сканированием. Если фильтр проверялся на заводе-изготовителе методом сканирования, то и при тестировании в чистом помещении следует использовать этот же метод. В воздушный поток до испытываемого фильтра и системы его крепления вводят тестовый аэрозоль и сканируют выходную поверхность фильтра, используя фотометр или счетчик частиц аэрозолей. Выбор прибора зависит от области применения фильтра и от материала аэрозоля. В результате тестирования регистрируются точечные дефекты фильтрующего материала и протечки в системе уплотнения. Затем либо устраняют обнаруженные дефекты, либо заменяют фильтр.

Уже многие годы при тестировании высокоэффективных фильтров в чистых помещениях и для поиска дефектов в самих фильтрах и системах их крепления используют аэрозоли, полученные из синтетических и натуральных масел. Эти материалы получили столь широкое распространение, поскольку они дешевы и легко распыляются с помощью сжатого воздуха, небольшого генератора и сопла Ласкина; если же требуется большой расход аэрозоля, можно использовать масляный туман, генерируемый конденсационным методом[1]. Генерируемые при распылении капли маслянистой жидкости являются хорошим тестовым аэрозолем для любого высокоэффективного фильтра; при этом жидкие капли практически не вызывают забивания фильтра. В течение более 35 лет в генераторах использовался диоктилфталат (DOP), но в последние годы появились сомнения в его безвредности для здоровья, что привело к постепенному сокращению его применения. Тем не менее, исследования, выполненные в исследовательском центре RTI (Research Triangle Institute, Северная Каролина, США), показали, что количество DOP, выделяющееся из HEPA-фильтра, прошедшего полное тестирование (измерение суммарной эффективности и сканирование всей поверхности), соответствует процентному содержанию DOP в земной атмосфере. Все же в настоящее время используются вещества, безвредные для здоровья – диоктилсебацинат (DOS), минеральное масло Shell Ondina, полиальфаолефин (PAO) и диэтилгексилсебацинат (DEHS).

Для получения тестового аэрозоля из перечисленных веществ методом распыления воздух под высоким давлением пропускают через сопло Ласкина. Воздух выходит из сопла с высокой скоростью и разбрызгивает жидкость. Тестовый аэрозоль можно получить и при использовании генератора конденсационного типа. Используемый для измерений фотометр должен быть откалиброван с помощью аэрозолей того же вещества, которое используется при тестировании фильтров. В особенности это важно в случаях, когда измеряются абсолютные концентрации аэрозолей, а не сравниваются результаты измерений до и после фильтра.

Вместо фотометра можно использовать оптический счетчик аэрозолей. Он обеспечивает лучшую чувствительность, соответственно, потребуется меньшее количество тестового аэрозоля. При измерениях с помощью оптического счетчика для получения тестового аэрозоля можно использовать как жидкие, так и твердые вещества. Оптический счетчик обеспечивает измерения при концентрации аэрозолей менее 0,008 мг/л, в то время как при использовании фотометра потребуются концентрация около 10 мг/л. В тех производствах, где остаточная эмиссия вещества из протестированного фильтра представляет опасность для технологического процесса, используют аэрозоли сферических частиц полистиролового латекса субмикронных размеров. Однако в большинстве случаев генераторы таких аэрозолей не могут обеспечить концентрацию, достаточную для использования фотометра. Хотя метод измерений с помощью оптического счетчика является более чувствительным, исчерпывающих исследований на эту тему пока не опубликовано. К недостаткам этого метода следует отнести необходимость для оператора в ходе сканирования фильтра сравнивать значения концентрации (или скорости счета), выраженные в дискретных величинах – числе частиц в единице объема или за единицу времени.

---

[1] В англоязычной технической литературе используется термин «hot generated smoke», т.е. дым, получаемый «горячим» методом (в отличие от «cold generated oil», получаемого распылением). Мы в соответствующих случаях употребляем термины, принятые в русскоязычной технической литературе, которые непосредственно указывают на механизм образования частиц аэрозолей *(Прим. ред.)*.

Считается, что тестовые аэрозоли из жидких веществ могут вызывать загрязнение процесса или продукции в чистых помещениях для полупроводниковой промышленности и для производства жестких дисков. Маловероятно, что они могут вызвать загрязнения в фармацевтическом и других видах производства. Установлено, что эмиссия аэрозолей, использованных при тестировании высокоэффективных фильтров, ответственна за появление дефектов на кремниевых пластинах. В настоящее время в США все конструкционные материалы, используемые в ULPA-фильтрах, проходят очень тщательную проверку. В подобных случаях тестирование фильтров как на заводе-изготовителе, так и после монтажа должно проводиться с использованием счетчиков частиц и атмосферного аэрозоля в качестве тестового. При необходимости к атмосферному аэрозолю можно добавлять аэрозоль, приемлемый для данного производства.

Если для проверки фильтра методом сканирования используются только атмосферные аэрозоли, то их входная концентрация может изменяться в зависимости от условий окружающей среды и от времени, что, в свою очередь, приведет к изменениям концентрации после фильтра. Таким образом, требования постоянства входной концентрации и безопасности материала тестового аэрозоля для полупроводникового производства приводят к выводу об использовании в этой отрасли сферических частиц полистиролового латекса (polystyrene latex spheres – PSL). Несколько производителей выпускают водные суспензии таких частиц. Их легко перевести в аэрозольную форму с помощью ультразвуковых увлажнителей воздуха. Это оборудование легко настраивается, обеспечивает воспроизводимость результатов и весьма экономично по сравнению с генераторами масляного тумана. Выпускаются суспензии частиц латекса с размерами в диапазоне от 0,1 мкм до 1 мкм, поэтому всегда можно выбрать желательный для измерений размер.

Если заказчик и/или проектировщик не включают в спецификацию процедуру тестирования фильтров после их монтажа, это может привести к тому, что для установки фильтров будут использованы системы крепления посредственного качества, не рассчитанные на сканирование. Если же позже будет принято решение об улучшении системы фильтрации и ее тестировании, это вызовет необходимость модернизации системы крепления или ее замены. Основной причиной неудовлетворительных результатов тестирования смонтированных в чистом помещении фильтров (при условии, что установленные фильтры не имеют дефектов) являются протечки в уплотнении фильтр – посадочное место. Они возникают вследствие дефектов сварки или герметизации, небрежной или низкокачественной работы персонала, монтировавшего систему крепления фильтров. Если же предназначенные для установки в чистом помещении HEPA-фильтры не подвергались сканированию на заводе-изготовителе, то заметный процент из них не сможет пройти тестирование после монтажа.

При проектировании чистого помещения или установки с однонаправленным потоком воздуха стандартной величиной скорости считается 0,46 ± 0,10 м/с (90 ± 10 фут/мин). Таким образом, через фильтр должно пройти значительное количество воздуха. Для небольшого устройства или зоны с однонаправленным воздушным потоком нетрудно генерировать необходимое для измерений количество тестового аэрозоля. Но при увеличении размеров помещения обеспечить одновременное тестирование целой системы фильтров становится чрезвычайно трудно. Альтернативным методом является изоляция одной из секций системы фильтров и последующее тестирование всех секций поочередно. Если по каким-либо причинам это непрактично, то все фильтры перед монтажом следует проверить на установке, аналогичной тем, которые используются для испытания фильтров

на производстве. Целью таких измерений является проверка того, что фильтр не получил повреждений при транспортировке, распаковке и перемещениях. По завершении проверки фильтр следует немедленно установить в посадочное место, соблюдая все меры предосторожности. После монтажа всех фильтров необходимо просканировать по периметру уплотнение между каждым фильтром и его посадочным местом, а также всю систему фильтров.

Оценив время, которое требуется для того, чтобы вручную просканировать потолок или стенку, состоящую из высокоэффективных фильтров, легко сделать вывод о желательности разработки методики, позволяющей сократить время тестирования. И действительно, была создана методика, основанная на одновременном использовании нескольких счетчиков частиц. Для ее реализации несколько пробоотборных устройств устанавливают на тележке таким образом, что они находятся в непосредственной близости к поверхности фильтров. При движении тележки по чистому помещению отбор проб идет не из одной точки, а с линейного участка фильтра. Этот метод проверки занимает меньше времени и, соответственно, тестируемые фильтры подвергаются меньшему загрязнению тестовым аэрозолем.

СТАНДАРТЫ ПО ФИЛЬТРАМ

BS 3928 (1969). *Method for Sodium Flame Test for Air Filters.* British Standards Institution, UK.

Mil-Std 282. *DOP-Smoke Penetration and Air Resistance of Filters.* US Government Printing Office, Washington, USA.

European Standard: EN 1822. *High Efficiency Air Filter (HEPA and ULPA).* European Committee for Standardization, B1050 Brussels.

Eurovent 4/4 (1976). *Sodium Chloride Aerosol Test for Filters using Flame Photometric Technique.* European Committee for the Constructors of Air Handling Equipment, Wien, Austria.

Recommended Practice IEST-RP-CC-001. *HEPA and ULPA Filters.* Institute of Environmental Science and Technology, USA.

DIN 1946-4 (1989). *Raumlufttechnische Anlagen in Krankenhäusern (Heating, Ventilation and Air Conditioning; HVAC Systems in Hospitals).* Beuth Verlag GmbH, D-10772 Berlin, Germany.

Recommended Practice IEST-RP-CC-007. *Testing ULPA Filters.* Institute of Environmental Science and Technology, USA.

Recommended Practice IEST-RP-CC-006. *Testing Cleanrooms.* Institute of Environmental Science and Technology, USA.

DIN 24184 (1990). *Typprufung von Schwebstoffiltern; Prüfung mit Paraffinölnebel als Prüaerosol (Type Testing of High Efficiency Particulate Air Filters; Using Paraffin Oil Mist as Test Aerosol).* Beuth Verlag GmbH, D-10772 Berlin, Germany.

БЛАГОДАРНОСТИ

Рисунки 8.1-8.4, 8.10, 8.12-8.14 и 8.16-8.18 приводятся с разрешения Flanders Filters, рис. 8.5 – с разрешения Evanite Fiber Corporation, рис. 8.11 – с разрешения Британского Института стандартов, рис. 8.8 и 8.9 – с разрешения д-ра Б. Лю (B. Lui).

9

Конструкционные материалы и защитные покрытия для чистых помещений

Э. К. ЗИРХ (E. C. SIRCH)

ВВЕДЕНИЕ

Состояние поверхностей чистого помещения может оказывать существенное влияние на чистоту производимых в нем продуктов. Поэтому материалы, используемые в конструкциях чистых помещений, должны выбираться с учетом того, что они не будут генерировать частицы или другие загрязнения, которые смогут загрязнить продукт. Для достижения этих целей материалы должны:

(a) легко поддаваться очистке и там, где это необходимо, быть стойкими к воздействию воды, моющих и дезинфицирующих средств;
(b) быть прочными, не выделять частицы и быть химически инертными;
(c) при необходимости обладать антистатическими свойствами.

Строительство чистых помещений также требует, чтобы материалы, применяемые при строительстве, обеспечивали герметичность конструкций. Эти свойства должны сохраняться в течение всего срока эксплуатации чистого помещения. Чтобы обеспечить выполнение этих условий, следует рассмотреть различные типы материалов, соответствующих перечисленным требованиям, а также характерные свойства конструкций.

В настоящей главе рассматриваются все внутренние поверхности чистого помещения за исключением устройств подачи воздуха и финишных фильтров высокой эффективности. Здесь также рассматриваются смежные с чистым помещением зоны переодевания персонала, воздушные шлюзы, дверные проемы, а также поверхности любого оборудования для уборки и транспортировки, работа которого связана с обслуживанием чистых помещений.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Все компоненты, используемые в конструкциях чистого помещения, должны удовлетворять действующим строительным нормам и правилам, касающимся требований пожарной безопасности, теплоизоляции, защиты от шума, электрических сопротивлений, виброизоляции и статических нагрузок. Эти строительные требования изложены в национальных стандартах, нормах и правилах.

Все соответствующие национальные руководства и правила должны быть учтены и при проектировании рабочих мест в чистом помещении. В разных странах нормативные требования отличаются, но все они должны содержать наиболее общие положения:

- избегать ярких и блестящих поверхностей;
- обеспечить с рабочего места визуальный обзор пространства вне технологической зоны;
- предусмотреть маршруты эвакуации в случае пожара или аварийных ситуаций.

На проектирование чистых помещений влияют и некоторые другие национальные и внутренние руководства, особенно касающиеся промышленной санитарии. Например, в Правилах GMP ЕС для фармацевтических производств (см. главу 2 этой книги) есть требования к очистке поверхностей, которые определяют требования к самим поверхностям:

- выше уровня проведения технологических операций не должно быть горизонтальных поверхностей;
- поверхности должны быть ровными, гладкими, непроницаемыми, без острых углов, не иметь пор и повреждений, быть стойкими к абразивному износу, легко очищающимися и устойчивыми к воздействию как чистящих, так и дезинфицирующих средств;
- при необходимости поверхности должны обладать антистатическими свойствами;
- окна и двери должны быть с двойным остеклением, ровными и гладкими;
- отверстия в стенах и потолке для светильников или коммуникаций, предназначенных для обслуживания чистого помещения, должны быть выполнены надлежащим образом;
- герметичность стыков различных поверхностей необходимо обеспечить с помощью пластиков или эластомеров, например, силиконовых герметиков или резин.

Конкретные физические, химические и конструкционные свойства элементов ограждающих конструкций чистых помещений должны удовлетворять четырем главным критериям, которыми следует руководствоваться для исключения ошибок при создании чистых помещений. Эти критерии таковы:

- Функциональность;
- Долговечность;
- Способность к очистке;
- Ремонтоспособность.

Правильный выбор конструкционных материалов и защитных покрытий для создаваемого чистого помещения определяется, во-первых, этими четырьмя главными критериями, а, во-вторых, выбором надлежащих основных строительных материалов и отделочных покрытий, которые соответствуют строительным нормам и руководствам, упомянутым выше. Выбор конструкционных материалов и соответствующих защитных покрытий, также как и планировка комплекса чистых помещений, зависят от требуемого уровня чистоты в помещении – чем чище помещение, тем более высокое качество требуется для материалов. Необходимость защиты от загрязнений заставляет проектировщика при выборе подходящих материалов для защитных покрытий и методов выполнения работ принимать во внимание возможность разрушения или истирания материалов и защитных покрытий, используемых в конструкционных элементах. Высококачественные

отделочные материалы и защитные покрытия могут обеспечить более высокие технические характеристики и лучшие эстетические показатели, но они имеют более высокую стоимость. Об экономической эффективности того или иного материала нужно судить не по его стоимости при покупке, но в течение всего срока его эксплуатации, принимая во внимание затраты на текущий ремонт, а также учитывая возможность проведения модернизации и реконструкции чистого помещения.

На рис. 9.1 в иерархическом порядке представлены все требования, которые необходимо рассматривать в процессе выбора материалов для их использования в чистых помещениях.



Рис. 9.1. Иерархия требований к конструкционным материалам, используемым в чистых помещениях

ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПОВЕРХНОСТЕЙ

Как обсуждалось выше, выбор конструкционных материалов для чистых помещений зависит от их функциональности, долговечности, способности к очистке и ремонтоспособности.

Функциональность

К системе финишной отделки ограждающих конструкций часто предъявляют специфические требования, которые не всегда имеют непосредственное отношение к риску загрязнения конечного продукта. Например, требуется, чтобы финишная отделка, различные материалы и элементы конструкций обеспечивали герметичность чистого по-

мещения для гарантии поддержания в нем заданной влажности и давления. Иногда может возникнуть необходимость применения материалов с особыми свойствами, например, удовлетворяющих требованиям по электропроводности или антистатичности. В некоторых случаях процедура правильного выбора материалов и систем финишной отделки зависит от требований по отсутствию микроорганизмов, например, в фармацевтической или пищевой промышленности, или требований, не допускающих эмиссии газообразных веществ различными поверхностями, как, например, в полупроводниковой промышленности.

Накапливание электростатического заряда с последующим электростатическим разрядом является проблемой почти во всех чистых помещениях. Электростатический разряд может создавать недопустимый риск: (a) взрыва (в присутствии порошков или газообразных веществ); (b) повреждения приборов (например, электронных или оптических изделий); (c) загрязнения продукта вследствие притяжения частиц к заряженным поверхностям.

Там, где случаи возникновения электростатического заряда являются критическим фактором, материалы, используемые в строительных конструкциях чистых помещений, не должны генерировать или накапливать значительный электростатический заряд. Такие требования по антистатическим характеристикам материалов индивидуальны для каждого конкретного случая использования чистого помещения и должны быть ясно сформулированы потребителем. В некоторых случаях могут потребоваться особые условия окружающей среды, например, определенный уровень относительной влажности воздуха, чтобы свести к минимуму генерацию и накопление электростатического заряда. Проблемы с электростатическими зарядами в чистом помещении уменьшатся, если непрерывный технологический процесс осуществлять при относительной влажности воздуха не ниже 50%, причем величина относительной влажности воздуха никогда не должна опускаться ниже 30% более чем на несколько часов.

Для защиты от электростатического разряда компоненты чистых помещений должны быть изготовлены из материалов, обладающих сопротивлением утечки на землю в диапазоне от 10^4 до 10^7 Ом. Особое внимание необходимо уделить защите персонала от возможного поражения электрическим током. Следует предусматривать заземление компонентов с переходным сопротивлением 5×10^4 Ом. В «идеальном» случае электрическое сопротивление утечки на землю будет составлять 5×10^4 Ом, а объемное сопротивление материала – порядка 10^7 Ом.

Напольное покрытие, как совокупность всех использованных материалов, должно обладать требуемыми электрическими характеристиками, причем величину этих характеристик необходимо периодически замерять, чтобы контролировать потерю их исходных значений по мере старения материала. Заряд, накопленный на поверхности, не должен превышать 2 кВ.

Долговечность

Все отделочные материалы, в том числе и защитные покрытия, должны выдерживать нагрузки от движения транспортных средств, которым они вынуждены противостоять, а также быть пригодными в обслуживании, ремонте или замене в течение всего срока эксплуатации этого материала. Долговечность материала является наиболее важным критерием в зонах, где его разрушение, сопровождающееся генерацией частиц или разрушением отделочных покрытий, может стать источником загрязнения продукта.

Отделочные материалы для пола должны быть способны выдерживать нагрузки от роликов транспортных средств наряду со статическими нагрузками от опор самого различного оборудования, которое установлено в чистом помещении.

Рассмотрение вопросов долговечности или ресурса эксплуатации материалов включает и анализ их стойкости к действию химических веществ, используемых в технологическом процессе, а также чистящих и дезинфицирующих средств, которые вступают в контакт с поверхностью. Некоторые продукты или материалы, используемые в процессе производства продукции, могут содержать какие-либо особые вещества, способные загрязнять поверхности, причем следует иметь в виду, что разные отделочные материалы будут иметь различную чувствительность к действию тех или иных агрессивных факторов.

Способность к очистке

Стены, полы и потолки в чистых помещениях должны быть сконструированы таким образом, чтобы основные поверхности были доступны для очистки (основные поверхности – это все твердые поверхности, загрязнения с которых могут попасть на продукт). В чистом помещении к таким основным поверхностям, в общем случае, относятся стены, полы, потолки и двери, воздушные диффузоры со стороны помещения (но не со стороны воздуховодов), дренаж пола, и т. п.

Поскольку стены, полы или потолки требуют довольно частой промывки или протирки сверху донизу, рассмотрение вопроса выбора материалов должно проводиться на основании способности этих материалов противостоять таким методам очистки. Это особенно важно учитывать там, где применяется дезинфекция, поскольку в идеальном случае дезинфицирующий агент должен оставаться в контакте с поверхностью в течение нескольких минут. Если чистое помещение подвергается очистке или промывке водой, необходимо принять во внимание преимущества плавного соединения поверхностей с определенным радиусом закругления и сплóшного, бесшовного напольного покрытия. Наличие горизонтальных поверхностей допустимо в том случае, если они поддаются очистке.

Поверхности в чистых помещениях должны обеспечивать легкость очистки за счет отсутствия пор, своей сплошности, ровности и гладкости, а также, если необходимо, антистатичности, и состоять из элементов, которые имеют минимальные зоны для возможного накопления загрязнений. Способность конструкции к очистке увеличивается при использовании накладных элементов, сглаживающих стыки пол – стена, стена – потолок, стена – стена, а также при бесшовном, сплóшном исполнении пола. Если предполагается использовать машинные методы уборки, углы между полом и стенами должны быть прямыми.

Ремонтоспособность

Отделочные материалы во время эксплуатации должны сохранять все свои свойства, которые обеспечивают требуемый уровень чистоты в помещении. Чтобы вернуть материалу его первоначальное качество, может потребоваться выполнение некоторых восстановительных или ремонтных операций. Вообще говоря, более качественная финишная отделка вызовет меньше проблем, связанных с ее повреждениями или усилиями на ее восстановление. Кроме того, она будет лучше удовлетворять архитектурным и эстетическим требованиям, в том числе и нуждам производственных процессов.

РАССМОТРЕНИЕ СПЕЦИФИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ

При строительстве чистых помещений возможно применение множества методов и материалов, начиная от способа *in situ (строительства на месте)* до использования предварительно изготовленных и собираемых на месте систем ограждающих конструкций. Существуют два основных варианта строительства чистых помещений:

- *In situ construction* – Строительство на месте, т. е. строительство с использованием сухих или мокрых процессов с последующей финишной отделкой поверхностей.
- *In situ assembly* – Монтаж на месте, т. е. сборка ограждающих конструкций и инженерных коммуникаций чистого помещения из предварительно изготовленных элементов с финишной отделкой (так называемая модульная система).
- Возможна и комбинация этих основных вариантов строительства. В дальнейшем мы проиллюстрируем только вариант монтажа на месте систем из стеновых и потолочных панелей, а также варианты строительства на месте полов с применением мокрых процессов, поскольку именно они применяются на практике наиболее широко.

Примеры материалов и особенности строительства чистых помещений

В этом разделе предлагаются критерии, которыми можно руководствоваться при выборе допустимых строительных решений, материалов и защитных покрытий, используемых в чистых помещениях. Описанные здесь элементы представляют собой наиболее широко используемые в строительстве чистых помещений материалы и компоненты. В общем случае следует применять самые высококачественные конструкции и материалы. Но, тем не менее, выбор подходящего материала всегда должен диктоваться требуемым уровнем защиты от загрязнений (т. е. классом чистоты помещения) и свойствами материалов, которые изложены в начальном разделе настоящей главы.

Чтобы гарантировать отсутствие накопления загрязнений и обеспечить легкость очистки поверхностей, наличие горизонтальных поверхностей и углов в чистом помещении должно быть сведено к минимуму. Таким образом, при проектировании чистых помещений следует предусматривать использование:

- застекленных заподлицо окон;
- смонтированных заподлицо со стенами дверных блоков;
- смонтированных заподлицо корпусов светильников и выключателей;
- скрытых каналов для инженерных коммуникаций.

Материалы, которые будут представлены вашему вниманию ниже, удовлетворяют требованиям строительства чистых помещений. На этой стадии мы не будем рассматривать вопрос, какие из них обладают лучшими характеристиками. Основным свойством материалов, используемых в строительстве чистых помещений, является их способность генерировать частицы. К материалам, которые ***не генерируют частицы*** и поэтому широко применяются в строительстве чистых помещений, относятся:

- нержавеющие стали;
- металлический лист, покрытый порошковой краской (или анодированный алюминиевый лист);
- бетон с герметизированной поверхностью;

- листы пластика, соединенные горячей сваркой;
- безусадочные покрытия из полимерных материалов;
- керамические материалы;
- стекло.

Материалы для отделки чистых помещений должны быть ***устойчивыми к абразивному износу, стойкими к действию чистящих и дезинфицирующих средств***, а также иметь защитные покрытия, которые не разрушаются и не имеют пор. Такими свойствами обладают:

- поверхности нержавеющих сталей;
- защитно-декоративные покрытия горячего отверждения;
- лаковые или эмалевые покрытия на основе эпоксидных смол;
- поверхности из керамики;
- покрытия на основе порошковых красок;
- герметизированный бетон.

Поверхности чистых помещений должны ***легко очищаться***, и этому требованию в наибольшей степени удовлетворяют:

- гладкая, ровная поверхность нержавеющей стали;
- металлические покрытия (например, анодно-окисное покрытие в случае использования алюминия);
- полимерные материалы и пластики;
- стекло;
- гладкая поверхность глазурованной плитки.

Чтобы исключить возможность проникновения аэрозольных загрязнений из смежных зон с высоким уровнем их содержания и гарантировать герметичность чистого помещения, необходимо правильно выполнять отверстия для коммуникаций в ограждающих конструкциях. Примерами элементов ограждающих конструкций, в которых *требуется правильное, надлежащее выполнение отверстий,* являются:

- герметизированная арматура светильников;
- герметизация узлов проходов трубопроводов (особенно головок спринклеров) и электропроводки;
- герметизированные соединения элементов конструкций в местах сочленения стена/потолок/пол;
- герметизированные корпуса фильтров;
- уплотнения дверей и дверных проемов.

ЭЛЕМЕНТЫ ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ С ЛЕГКО ОЧИЩАЕМЫМИ И МАЛОИЗНАШИВАЮЩИМИСЯ ПОВЕРХНОСТЯМИ

Системы полов

Устойчивость к истиранию в процессе эксплуатации и старения является главным критерием при выборе хорошей системы для пола в чистом помещении. Чтобы сконструировать работоспособную напольную систему, она должна соответствовать схеме, представленной на рис. 9.2.

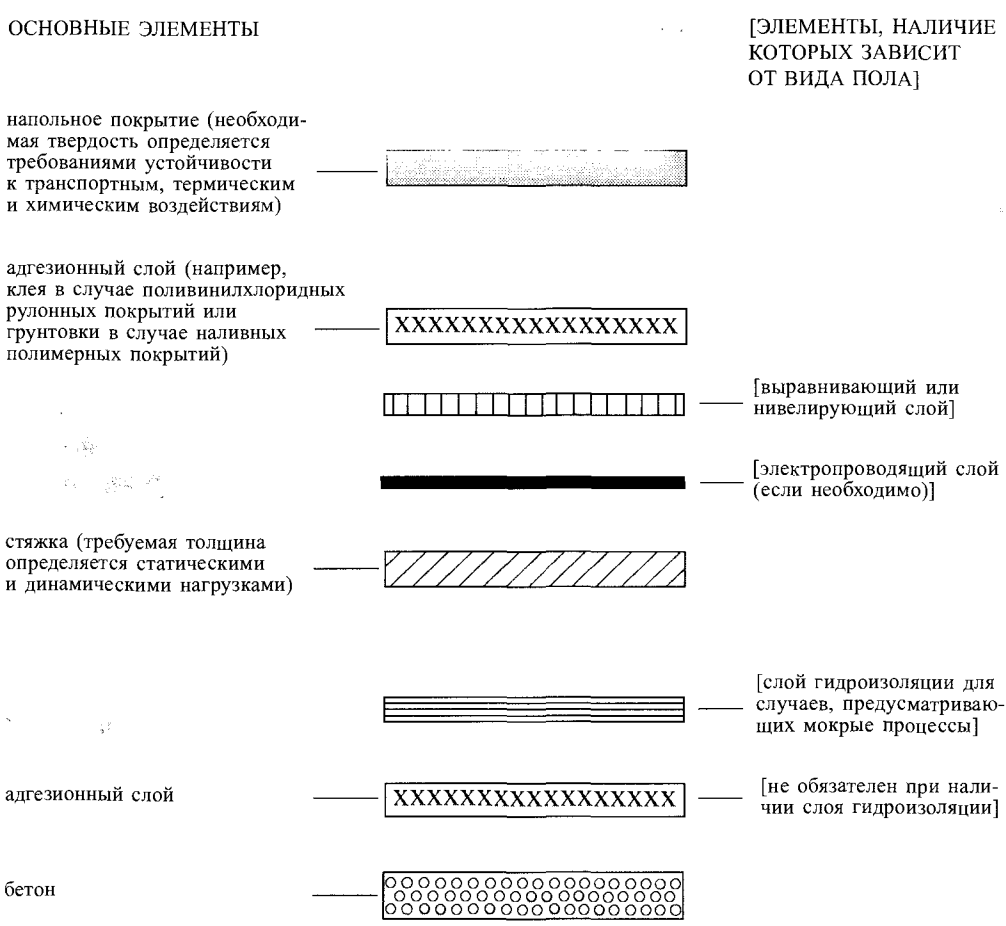


Рис. 9.2. Поперечный разрез системы пола. В скобках [ ] указаны элементы системы, которые могут устанавливаться дополнительно или при необходимости

Для гарантии долговечности напольного покрытия хорошего качества, кроме того, требуется:

- Высокий профессионализм исполнения основания, высокое качество материалов, достаточное время выдержки;
- Предусмотреть в основании все необходимые прорези, например, для каналов, требуемых в конструкции, или температурных швов;
- Выбрать конструкцию пола, которая способна выдерживать заданные статические и динамические нагрузки;
- Если требуется, необходимо обеспечить шунт (электрическое соединение) для отвода статического электричества.

Рис. 9.3 – 9.8 показывают в поперечном сечении надлежащие системы полов и являются примерами, которые можно использовать для различных классов и типов чистых помещений.

Высококачественные финишные напольные покрытия

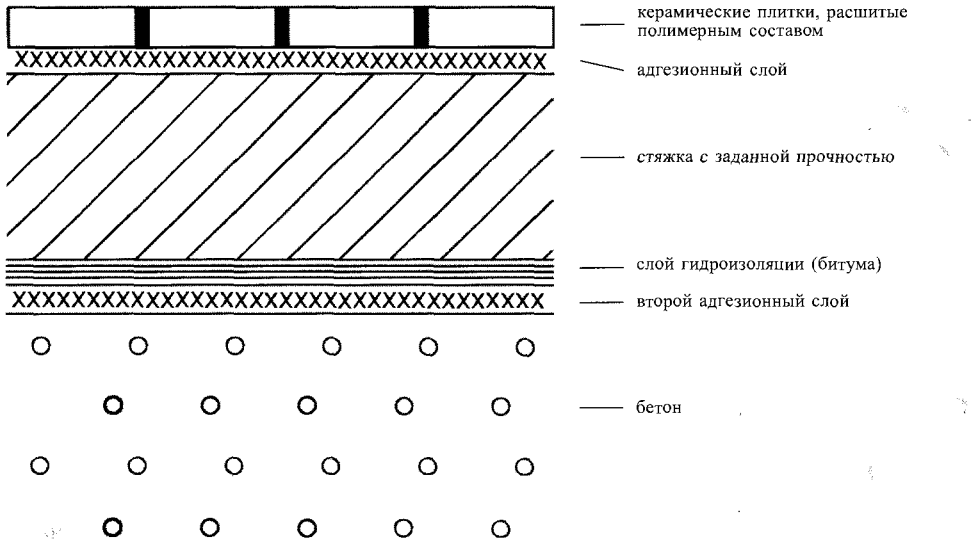


Рис. 9.3. Плиточный пол для чистых помещений с мокрыми процессами

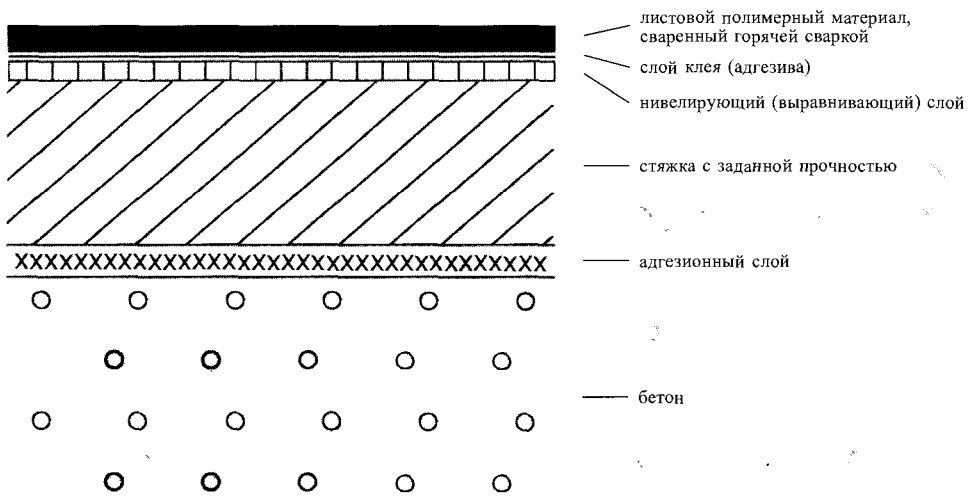


Рис. 9.4. Покрытие на основе рулонного или листового полимерного материала, уложенного на стяжку

Высококачественные финишные напольные покрытия, предназначенные для удаления электростатического заряда

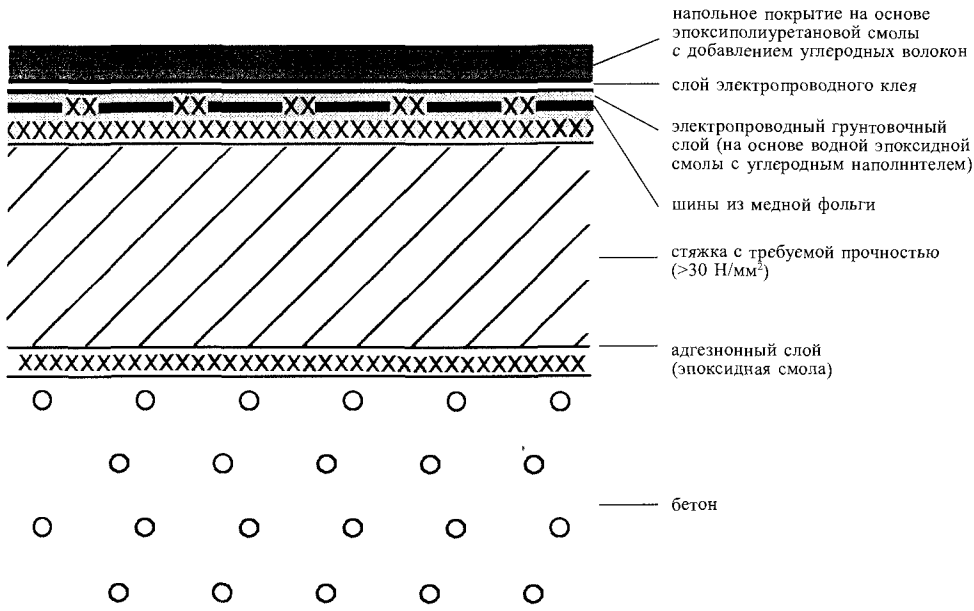


Рис. 9.5. Система пола с электропроводным покрытием на основе полимерного материала

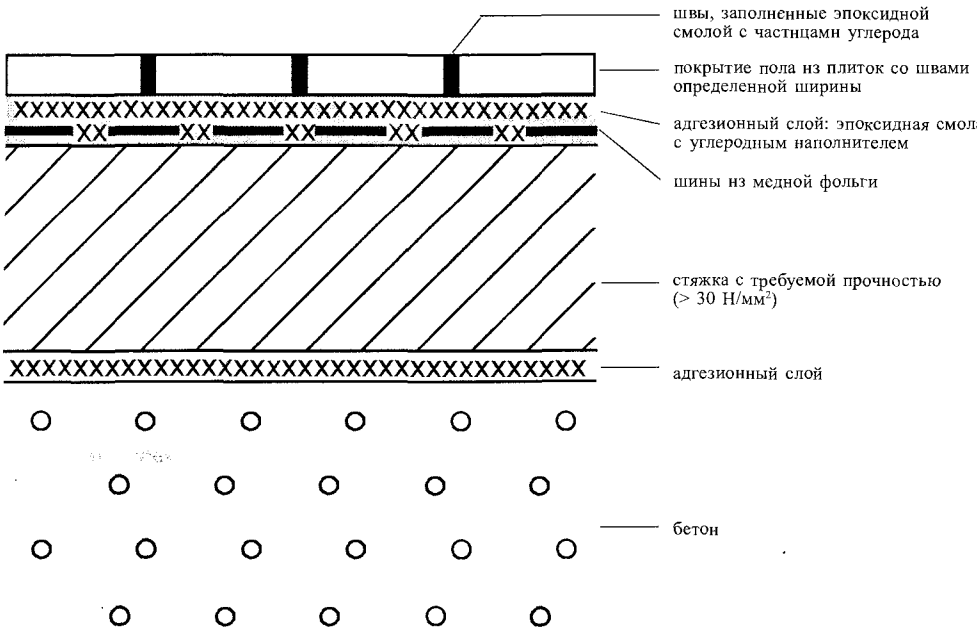


Рис. 9.6. Система электропроводного плиточного пола

Другие допустимые системы пола

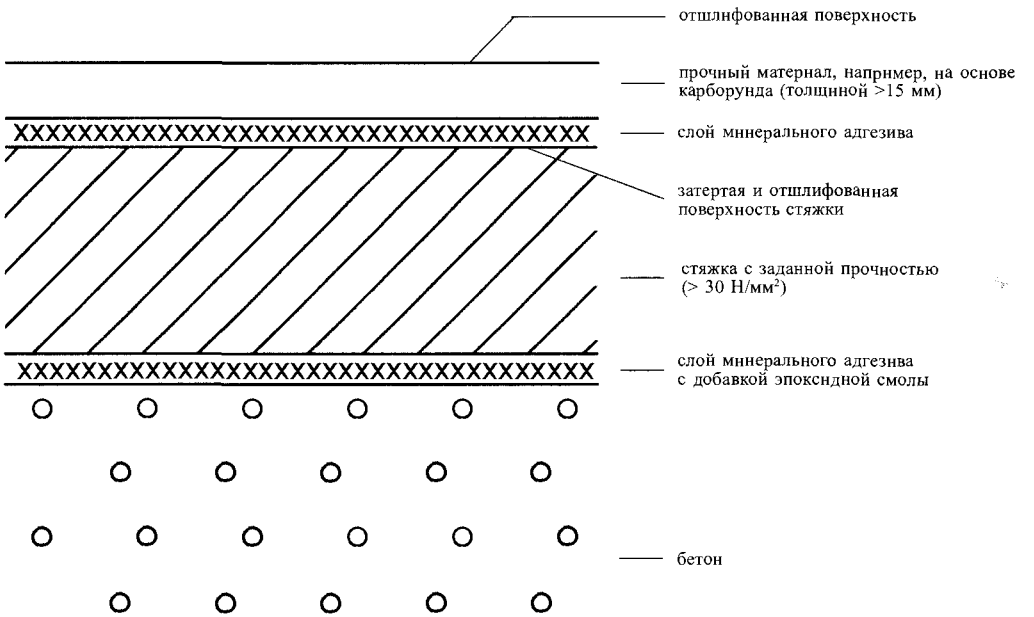


Рис. 9.7. Электропроводный бетонный пол с верхним упрочняющим минеральным слоем

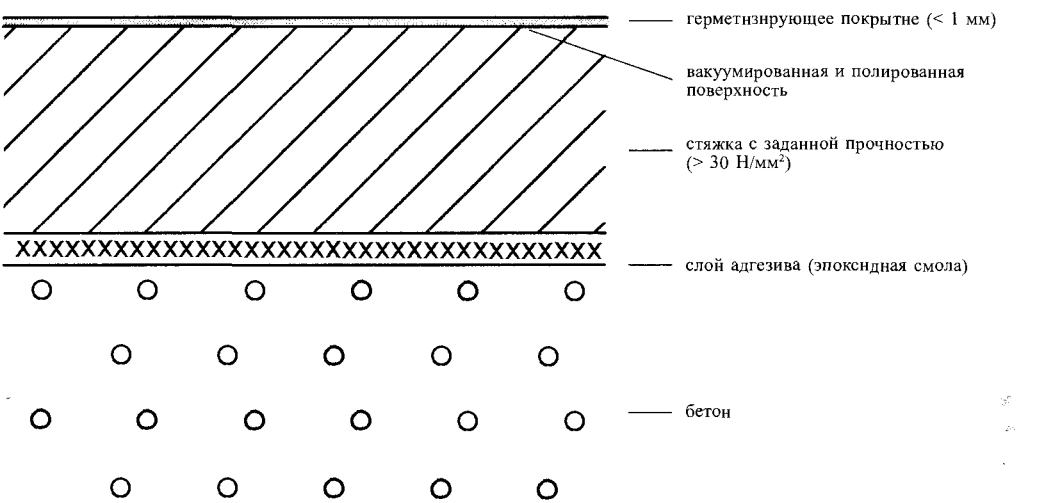


Рис. 9.8. Бетонный пол с защитным герметизирующим покрытием (например, полимерным)

Системы стеновых ограждений

Стены чистых помещений возводятся либо путем ***строительства на месте*** обычными способами (*такими же, которые применяют в обычном гражданском или промышленном строительстве*), либо путем ***сборки на месте*** уже готовых элементов, которые соединяются друг с другом, формируя ограждения чистого помещения.

Строительство на месте При таком методе строительства стены выполняются либо из кирпича или блоков, либо применяется каркасная система. Последняя состоит из металлических стоек, которые закрепляются анкерными болтами к строительным конструкциям, в которых сооружается чистое помещение, а затем уже к ним крепятся сами стеновые ограждения. Поскольку система чистого помещения требует большого числа узлов проходов различных сервисных коммуникаций (в том числе и сквозь стеновые ограждения), последний вариант более предпочтителен. Если стены возводятся из кирпича или блоков, необходимо их окрасить таким образом, чтобы финишное покрытие имело ровную, гладкую, прочную и герметичную поверхность. Для этого поверхности необходимо оштукатурить и окрасить эпоксидными эмалями. Экономически целесообразно при этом выполнить облицовку стен листами сухой штукатурки (гипсокартоном толщиной 12 мм), стыки которых заделываются специальной лентой, а затем поверхность окрашивается эпоксидной эмалью. Оба этих метода приемлемы для чистых помещений низких классов чистоты. Для чистых помещений более высоких классов в подобных случаях лучше применить эпоксидное покрытие, армированное стеклотканью.

Сборка (монтаж) на месте При таком методе строительства стеновые ограждения поступают от изготовителя в готовом виде и монтируются на месте. Стеновые панели должны иметь достаточную толщину и прочность, чтобы их несущие свойства позволяли удерживаться в вертикальном положении в условиях первоначальной, слабой фиксации. Обычно панели скрепляются друг с другом либо с помощью специального Н-профиля из подходящего материала, например, анодированного алюминия или пластика, либо фиксируются какими-либо другими методами, взаимно блокируя друг друга. Стеновые панели типа «сэндвич» обычно имеют толщину 50 мм и наружные стенкн (выступающие в роли поверхностей чистого помещения), между которыми находится внутренний наполнитель. Типичными примерами внутренних наполнителей являются: листы сухой штукатурки (гипсокартона), минераловолокнистый материал, стекловолокно и пенополиуретан, хотя могут быть использованы и другие подходящие материалы. Наружные стенки панелей могут быть выполнены из таких материалов, как углеродистая сталь, окрашенная эпоксидной или порошковой эмалью, алюминий, листы нержавеющей стали или пластика, которыми обрамляется или ламинируется материал внутреннего наполнителя.

На рис. 9.9 – 9.17 показаны типичные конструкции стеновых панелей чистых помещений и их элементы – внутренний наполнитель, стыки, соединения между элементами стен, соединения с потолком и полом и пр. Конструкции трехслойных панелей типа «сэндвич» для помещений с высоким уровнем чистоты представлены на рисунках 9.9 – 9.12. Они производятся из высококачественных материалов с чрезвычайно жесткими допустимыми отклонениями. Стыки между элементами составляют менее 0,1 мм и, следовательно, после герметизации и уплотнения силиконовыми материалами практически не заметны. Чистые помещения требуют наличия очень ровных и гладких

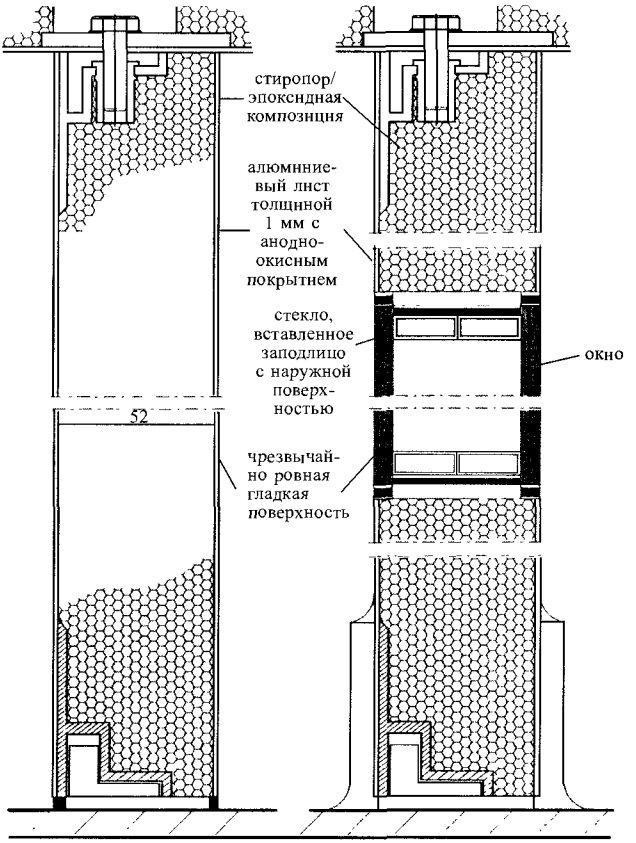


Рис. 9.9. Стеновые панели типа сэндвич для помещений с высоким уровнем чистоты

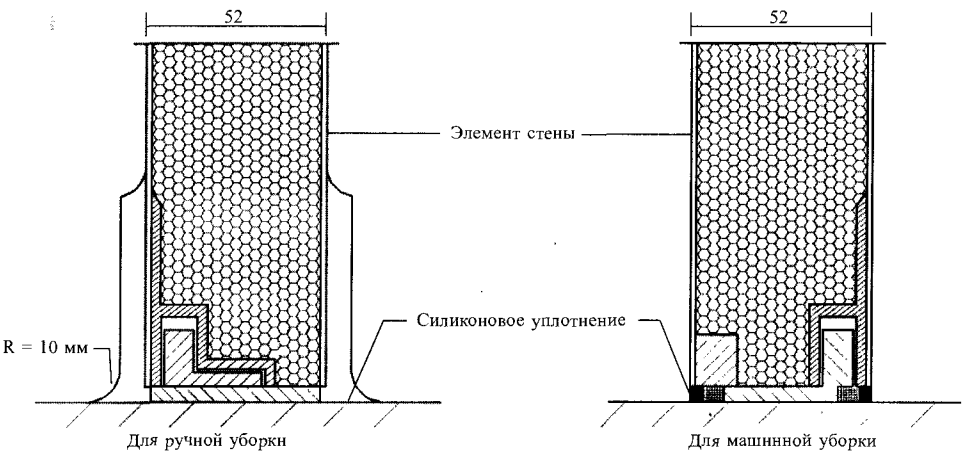


Рис. 9.10. Детали элементов панелей типа сэндвич для помещений с высоким уровнем чистоты – два альтернативных варианта соединения с полом: для ручной и машинной уборки соответственно

поверхностей. Конструктивные решения элементов ограждающих конструкций, представленных на рисунках 9.13 – 9.17, рассчитаны на применение в помещениях со средним уровнем чистоты. В этих конструкциях используются менее дорогие материалы, и они не имеют столь точных размеров, поэтому уплотнения с помощью силиконовых герметиков могут быть видны.

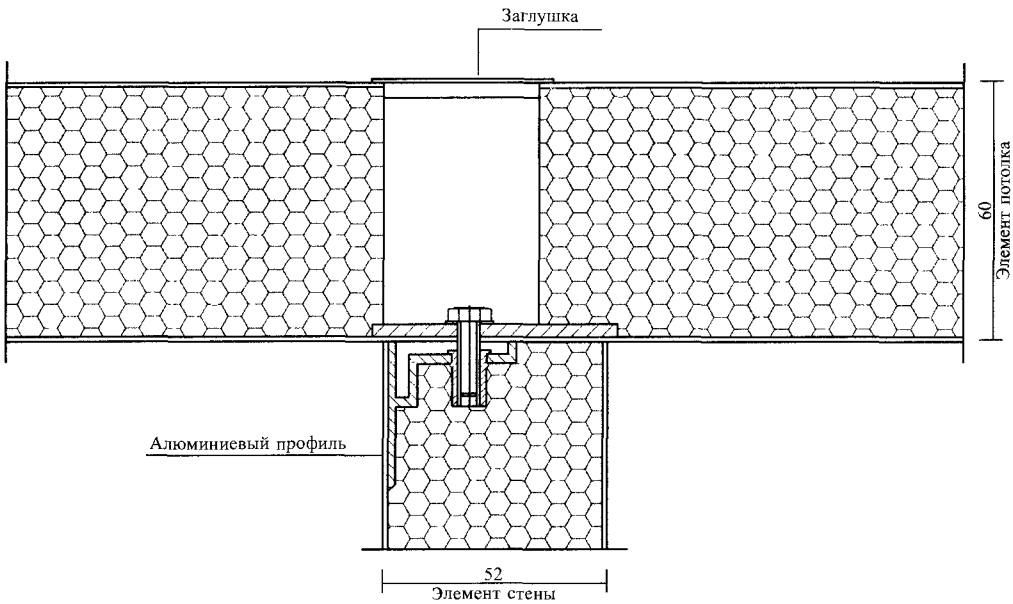


Рис. 9.11. Элемент панели типа сэндвич для помещений с высоким уровнем чистоты: соединение между потолком и стеной

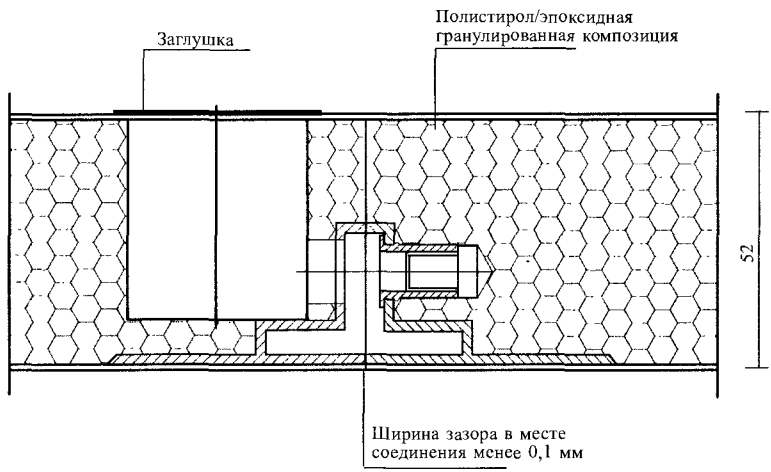


Рис. 9.12. Элемент панели типа сэндвич для помещений с высоким уровнем чистоты: соединение между стеновыми панелями

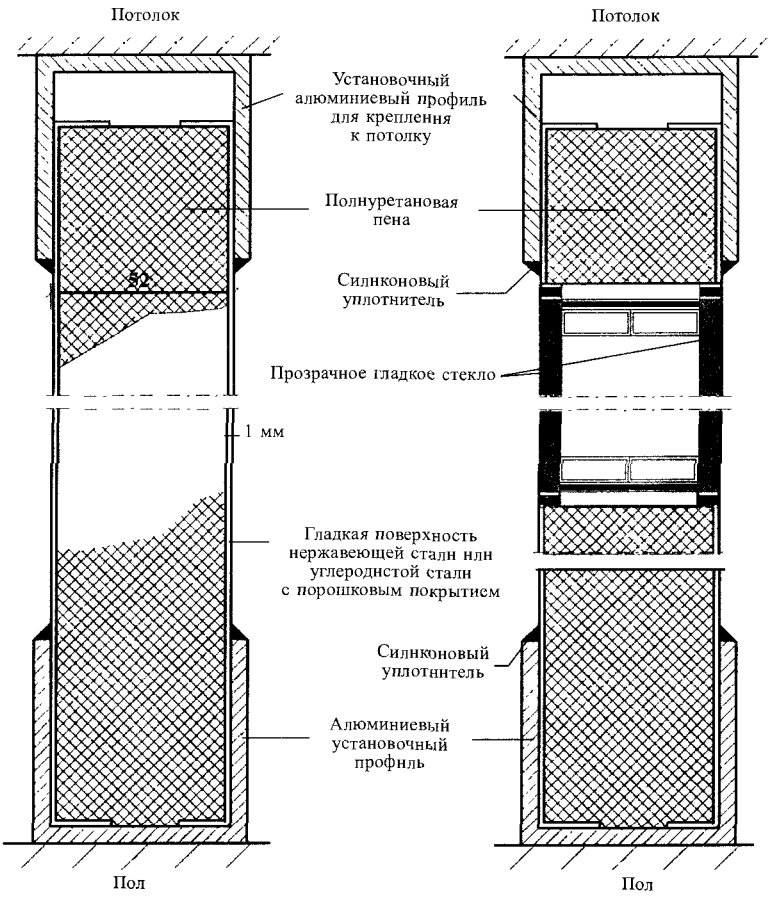


Рис. 9.13. Элементы панелей типа сэндвич для помещений среднего уровня чистоты с надлежаще выполненными соединениями с потолком и полом: для производств с мокрыми процессами и машинной уборкой

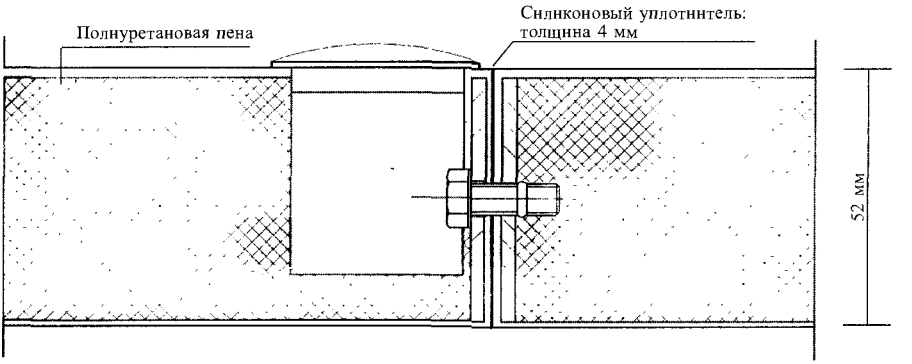


Рис. 9.14. Элемент панели типа сэндвич для помещений среднего уровня чистоты: соединение между стеновыми панелями

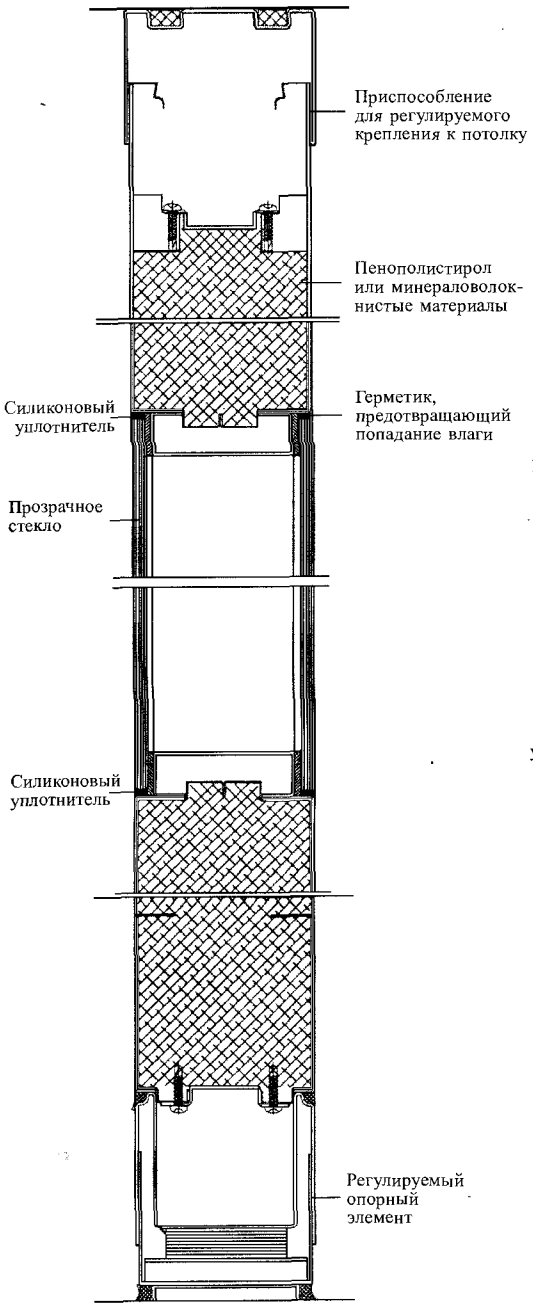


Рис. 9.15. Пример стеновой панели типа сэндвич для помещений среднего уровня чистоты с мокрыми процессами и машинной уборкой

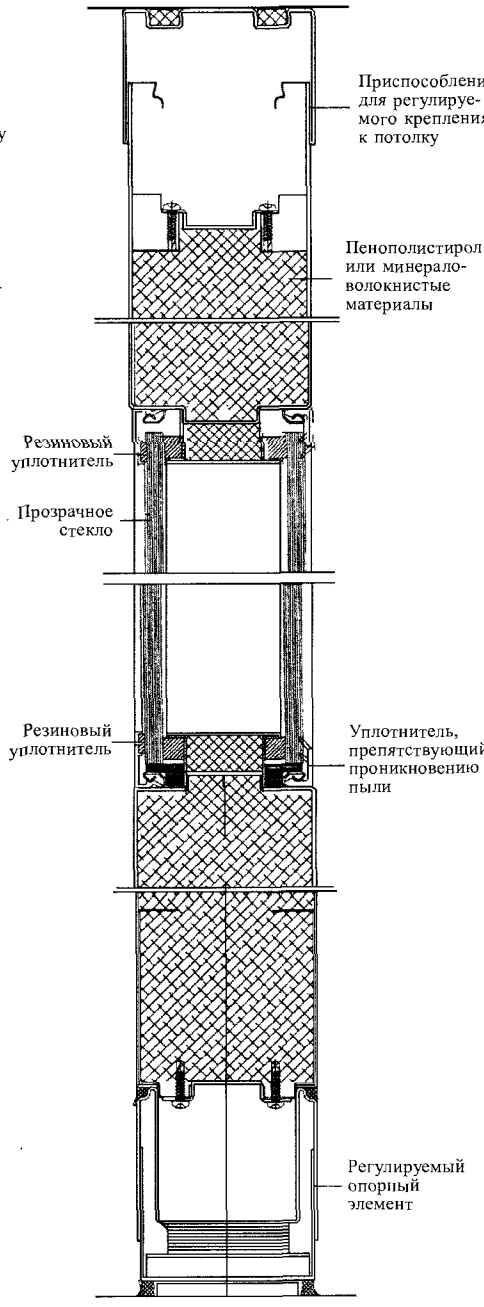


Рис. 9.16. Пример стеновой панели типа сэндвич для помещений среднего уровня чистоты без мокрых процессов и с машинной уборкой

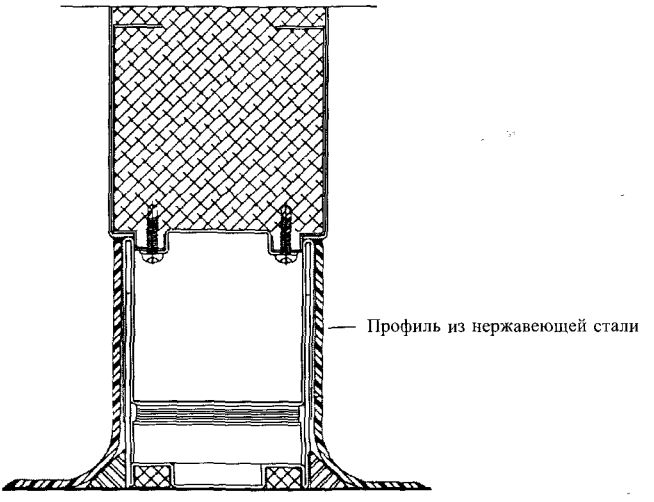


Рис. 9.17. Пример стеновой панели типа сэндвич для помещений среднего уровня чистоты с ручной уборкой

Дверные системы

Дверные системы в чистых помещениях, по возможности, должны иметь минимальное количество горизонтальных поверхностей. Сами двери также не должны иметь горизонтальных поверхностей, их механическая часть должна быть стойкой к истиранию, а количество дверных аксессуаров типа ручек и замков должно быть сведено к минимуму. Кроме того, двери не должны подвергать абразивному износу пол. Наружные поверхности дверей должны быть ровными, гладкими, легко поддаваться очистке и быть устойчивыми к действию чистящих и дезинфицирующих средств.

Потолочные системы

Исполнение потолков чистого помещения *на месте* методами традиционного строительства встречается крайне редко. Как правило, потолочные системы для чистых помещений представляют собой заранее изготовленные сборные конструкции. Для чистых помещений высоких и средних классов чистоты возможно применение двух различных систем потолков, которые мы и рассмотрим:

1. Потолочная система состоит из панелей типа сэндвич, в которых обшивка из листового металла обрамляет внутренний наполнитель из соответствующего материала. Пример такой системы представлен на рис. 9.18. Он показывает элемент потолка, выполненного из сплошных панелей типа сэндвич с обшивкой из алюминия и наполнителем из полистирол/эпоксидной композиции. Такие панели обычно имеют толщину около 65 мм и несущую способность порядка 1500 Н/м^2. На рис. 9.19 представлен узел крепления светильника, используемого в такой системе. Потолочные панели этого типа соединяются встык, а места соединений герметизируются. Все электрические и пневматические коммуникации легко встраиваются в элементы сэндвичей.

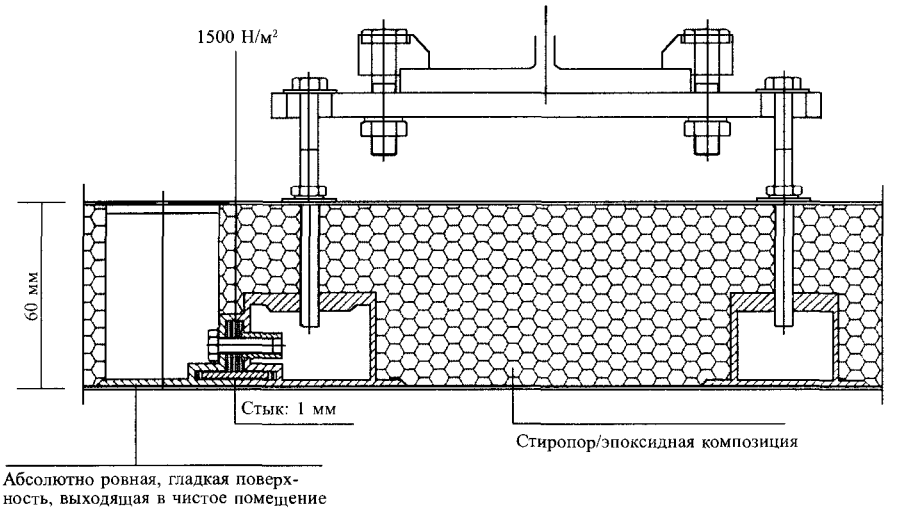


Рис. 9.18. Элемент потолочной панели типа сэндвич для помещений с высоким уровнем чистоты со стационарной подвеской к ферме потолочного перекрытия

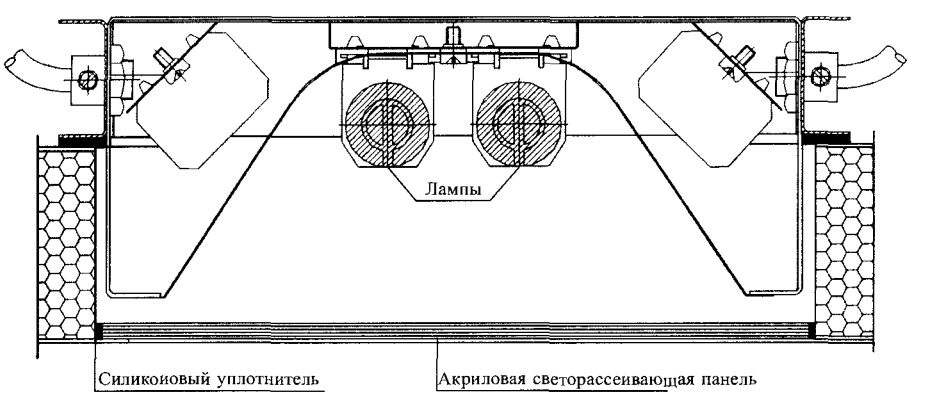


Рис. 9.19. Деталь осветительного элемента для помещений с высоким уровнем чистоты

2. Потолок каркасного типа состоит из системы опорных профилей из легкого металла, образующих ячейки, имеющие крепежные элементы для установки светильников, глухих панелей и фильтров. Кроме того, они имеют отверстия для кабелей, спринклеров и т. д. Корпуса фильтров устанавливаются в ячейки потолка очень плотно, а все места соприкосновения с элементами каркаса потолка герметизируются для предотвращения проникновения воздуха и частиц. Основные элементы такой системы показаны на рис. 9.20.

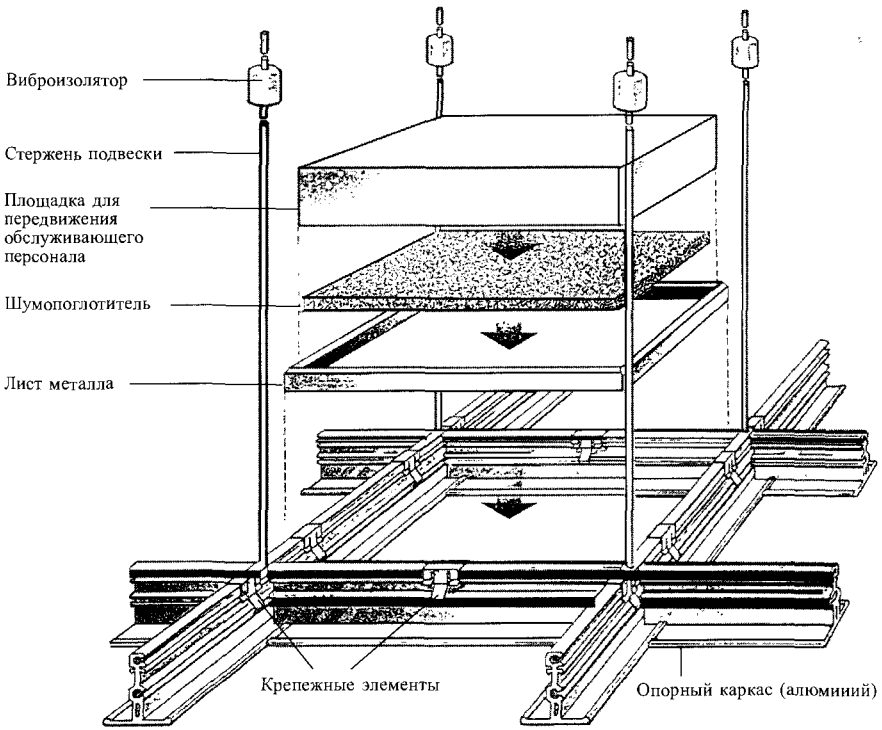


Рис. 9.20. Вариант каркаса потолка с глухой панелью

На рис. 9.21 и 9.22 представлены два примера герметичных систем каркаса потолка.

Еще одним вариантом герметичной системы потолка, который часто используется в чистых помещениях полупроводниковой промышленности, является система, в которой профили каркаса потолка имеют желоб, заполненный жидким гелеобразным герметиком. При этом фильтр и глухие панели, в отличие от предыдущих систем, имеют острый нож, который погружается в гель, и тем самым исключает вероятность образования неплотностей. Такой тип системы потолка обсуждался в главе 8 этой книги и иллюстрировался рис. 8.16, 8.17 и 8.18.

Для чистых помещений с пониженными требованиями к уровню чистоты достаточно, когда элементы потолка устанавливаются на несущие опорные профили без герметизирующих или уплотняющих приспособлений (в этом случае лампы либо подвешиваются, либо встраиваются). В некоторых случаях вполне приемлемым решением является потолок, выполненный из подвесных панелей. Однако при этом отсутствует пространство над потолком, необходимое для обслуживания или замены элементов потолка, поэтому на время проведения таких работ производство в чистом помещении должно останавливаться.

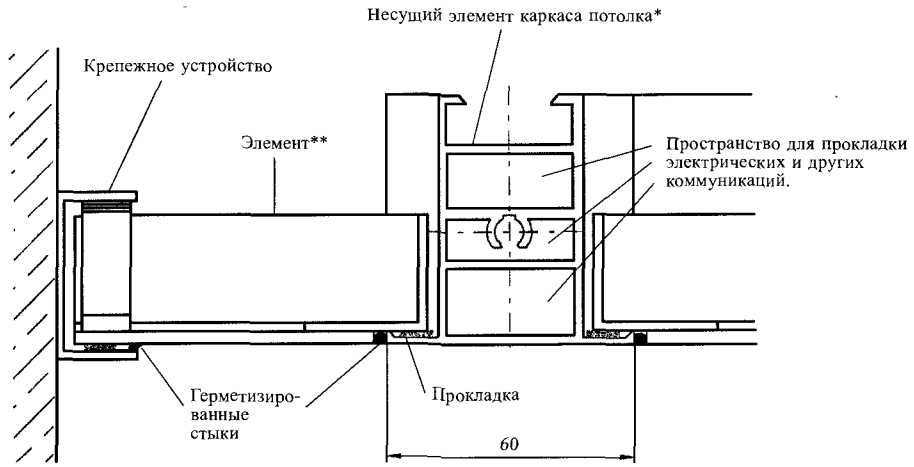


Рис. 9.21. Каркас потолка: соединение со стеной и расположение элементов

* *Несущий опорный каркас с секционным профилем, обеспечивающим герметичный узел прохода электрических и пневматических коммуникаций.*
** *Элемент может быть фильтром, глухой панелью, светильником и т. д.*

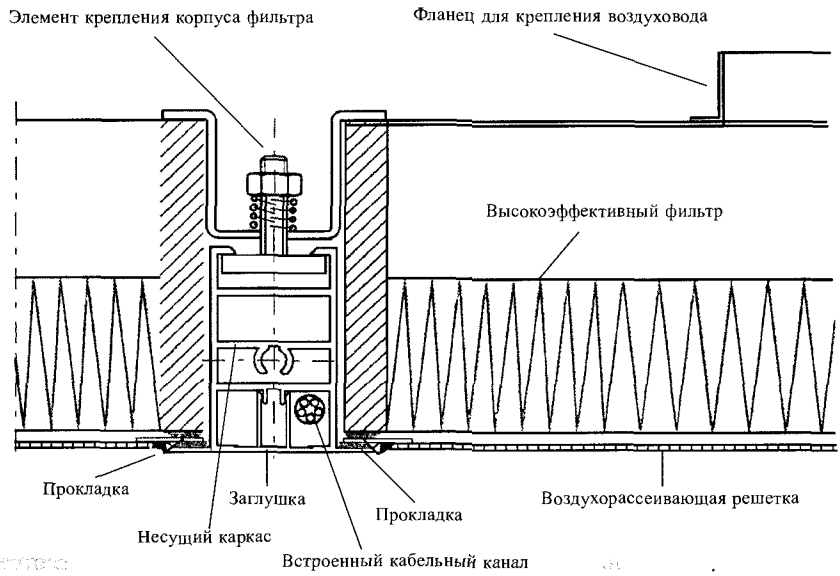


Рис. 9.22. Каркас потолка: крепление высокоэффективных фильтров

КОНСТРУКЦИИ И МАТЕРИАЛЫ, ДОПУСТИМЫЕ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЯХ

В таблице 9.1 представлены примеры строительных материалов, которые могут применяться в чистых помещениях различного назначения. Табл. 9.2 представляет строительные компоненты, которые можно использовать в чистых помещениях и которые обладают хорошими антистатическими свойствами для минимизации электростатического заряда. По достижении чистым помещением состояния «построенное» необходимо проверить электрические характеристики этих материалов, чтобы убедиться в их эффективности. Для помещений с высоким уровнем чистоты, где антистатическая отделка поверхностей не может решить все проблемы, связанные с минимизацией электростатического заряда, следует применять ионизацию воздуха.

Таблица 9.1. Примеры компонентов, используемых при строительстве чистых помещений

Чистые помещения с высоким уровнем чистоты

Материалы, для поверхностей в системах стен и потолка

- Нержавеющая сталь с полированной, шлифованной или электрополированной поверхностью
- Анодированный (толщина анодно-окисной пленки >20 мкм) или покрытый эмалью алюминий
- Тонколистовая сталь, окрашенная эмалью или порошковой краской
- Панели из проводящего пластика

Конструкционные элементы потолочных систем

- Легкий металлический каркас с крепежными деталями для установки светильников и других элементов, имеющий отверстия для кабелей, спринклеров и т. д., а также с герметизацией всех мест соединения
- Потолочные панели, герметично монтируемые на несущий каркас со встроенными светильниками и другими элементами, а также, при необходимости, имеющие слой шумопоглотителя с гладкой поверхностью

Напольные покрытия по стяжке или выравнивающему слою (с определенной адгезионной прочностью между основанием и слоем напольного покрытия)

- Не усаживающиеся полимерные листовые (рулонные или плиточные) материалы с горячей сваркой швов
- Керамическая плитка с расшивкой полимерными композициями
- Не усаживающиеся композиции на основе полимерных смол (например, эпоксидных, полиэфирных или полиуретановых), обеспечивающих герметичность поверхности

Фальшполы

- Фальшполы с покрытием из не усаживающегося полимерного материала, установленные на герметизированное бетонное основание

Чистые помещения со средним уровнем чистоты

Материалы для поверхностей стеновых ограждений

- Тонколистовой металл, окрашенный порошковой краской
- Оцинкованный тонколистовой металл, покрытый эмалью или порошковой краской
- Пластиковые панели
- Полимерные материалы

Конструктивные элементы потолочных систем

- Каркас с крепежными деталями для монтажа светильников, отверстиями для кабелей, спринклеров и т. п. Корпуса фильтров вставляются снизу, со стороны чистого помещения, и закрепляются, прижимаясь к герметизирующим прокладкам

Напольные покрытия (с заданной величиной адгезионной прочности между основанием пола и верхним отделочным слоем покрытия)

- Полимерный листовой материал (рулонный или плиточный), сваренный методом горячей сварки и приклеенный на основание
- Кафельная плитка, уложенная на стяжку или бетонное основание
- Выравнивающий слой или бетонное основание, выполненное из модифицированных материалов с повышенной прочностью (например, на основе карборунда), затем загрунтованный и полированный
- Выравнивающий слой с полимерным покрытием на бетонном основании.

Фальшполы

- Такие же, как и в случае помещений с высоким уровнем чистоты

Чистые помещения с пониженными требованиями к уровню чистоты

Материалы для поверхностей стеновых ограждений

- Сухая штукатурка (гипсокартон) с соответствующей отделкой поверхности
- То же, что и для помещений со средним уровнем чистоты

Полы

- Покрытие на основе листового полимерного материала (рулонного или плиточного), сваренного методом горячей сварки и уложенного на основание
- Выравнивающий слой с полимерным покрытием
- Выравнивающий слой из материала с повышенной поверхностной прочностью

Таблица 9.2. Элементы, способствующие минимизации электростатического заряда

Полы

- Полимерное покрытие, обладающее требуемыми электрическими характеристиками, нанесенное на металлический фальшпол, при необходимости заземленный через резисторы
- Электропроводное покрытие на основе полимерной смолы (например, эпоксидной, полиуретановой, полиметилметакрилатной): многослойная структура с добавлением углеродного волокна, углерода или частиц алюминия
- Элетропроводные напольные плитки

Пример для полупроводниковой промышленности (слои представлены от основания к поверхности)

- Заземленный грунтовочный слой
- Система лент из медной фольги в полиуретановом электропроводном слое с добавками (например, частиц углерода)
- Слой полиэфирной смолы с алюминиевым порошкообразным наполнителем
- Подсоединение медных лент к заземляющему контуру с возможной установкой резисторов для регулировки сопротивления

Пример для фармацевтической промышленности (слои представлены от основания к поверхности)

- Заземленный грунтовочный слой с медной сеткой или лентой
- Электропроводный слой полимерного покрытия (с добавлением частиц углерода)
- Плитка на электропроводной стяжке (плитки либо содержат шпинель в своем составе, либо глазуруются шпинелью по поверхности и торцам)

Стены

- Металл, заземленный через резисторы, если это необходимо
- Пластиковые панели с проводящим покрытием

Другие элементы, позволяющие минимизировать электростатический заряд

- Рабочие столы с поверхностью из электропроводного пластика, установленного на электропроводном каркасе, либо металлические столы
- Металлические поверхности оборудования
- Металл, заземленный через резисторы, если это необходимо
- Пластиковые листы с проводящим покрытием

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ВО ВРЕМЯ СТРОИТЕЛЬСТВА И МОНТАЖА ЧИСТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Материалы и компоненты, используемые при строительстве чистых помещений, не должны поступать на строительную площадку в загрязненном состоянии. Как нельзя допускать внешнего загрязнения компонентов, так и в процессе их изготовления грязь не должна попадать внутрь самих компонентов, поскольку во время эксплуатации загрязнения смогут попасть в чистое помещение. Следовательно, все компоненты и материалы, используемые при строительстве чистого помещения, должны производиться, упаковываться, транспортироваться и храниться в условиях, гарантирующих их чистоту перед использованием в чистом помещении.

В процессе строительства чистого помещения необходимо также обеспечить сбор и удаление загрязнений, которые образуются во время проведения строительных и монтажных работ, чтобы тем самым не допустить неконтролируемого загрязнения зоны, окружающей место проведения работ. Для этих целей можно использовать сооружение временных защитных экранов и стен, создавать в критических для загрязнения зонах избыточное давление, использовать временные «жертвенные» фильтры в системах воздухоподготовки. Такие фильтры устанавливают для защиты среды чистого помещения и системы его воздухоподготовки от поступающих снаружи загрязнений. Они дают возможность задать свой собственный рабочий режим и необходимое избыточное давление и заранее рассчитаны на то, что на стадии пуска (или иной согласованной с заказчиком стадии), т. е. перед вводом чистого помещения в эксплуатацию и началом производства, их заменят на фильтры предусмотренного проектом класса.

Продолжительность и частота уборки строительной и монтажной площадки в процессе производства работ должны быть заранее спланированы, носить обязательный характер и постоянно контролироваться, чтобы избежать накопления недопустимых загрязнений на любом участке монтажа и, тем самым, облегчить трудоемкую окончательную очистку чистого помещения перед его пуском в эксплуатацию.

ЛИТЕРАТУРА

VDI guideline 2083/part 4: Cleanroom technology, Surface cleanliness (2/96). GAA RR in DIN and VDI; Beuth Verlag GmbH, Berlin.

Working papers by members of the German Mirror Committee of ISO TC 209/WG 4. Autors: G. Dittel, c/o Ing. Buro Dittel; H. Eidam, c/o Turbo Lufttechnik; A. Machmüller, c/o Ineliol and E. Sirch, c/o Bayer AG.

10

Технология получения чистой воды

Т. ХОДЖКИС (T. HODGKIESS)

ВВЕДЕНИЕ

Пользователи чистых помещений потребляют воду, забираемую обычно из общедоступных водных систем с широким спектром качества воды, зависящего от состава источника. В основном, вода, добываемая из артезианских скважин, содержит определенное количество растворенных солей вследствие выщелачивания минералов, через которые происходит инфильтрация. Эти соли (для которых часто используют термин «минеральные») содержат заряженные ионы, и их общее количество обычно выражают в терминах общего солесодержания (TDS – Total Dissolved Solids). Вода из артезианских скважин обычно содержит относительно малые количества растворенной органики, взвешенных частиц и биологических организмов из-за природного фильтрующего воздействия, которому она подвергается. В противоположность ей, поверхностная вода (т. е. вода водных бассейнов или рек) содержит значительно меньшее количество растворенных солей, однако в значительно бóльшей степени загрязнена взвешенными частицами, растворенной органикой (в зависимости от сезона) и биологическими организмами. Для иллюстрации вышесказанного в табл. 10.1 представлены результаты анализа водопроводной воды двух источников разных регионов.

Требования к чистоте воды для различных процессов, проводимых в чистых помещениях, будут детально рассмотрены в следующей главе, однако для сравнения с водой, приведенной выше в качестве примера, представим данные по требуемому уровню чистоты, применяемой для финишной отмывки в микроэлектронике:

- TDS задается в единицах электросопротивления воды > 18 МОм×см при 25°С (эквивалентно содержанию хлорида натрия < 0,004 мг/л),
- TOC (total oxidize carbon – общее содержание окисляемого углерода) < 30 мкг/л,
- Количество бактерий < 1 КОЕ/мл (КОЕ – колониеобразующие единицы, CFU – Colony Forming Units),
- Количество дисперсных частиц – 0 (1,0 – 2,0 мкм); < 50 (0,50 – 1,0 мкм).

Для фармацевтической промышленности требуется также достаточно высокий уровень чистоты, хотя обычно и менее жесткий, чем для микроэлектроники. Это продемонстрировано в следующих требованиях Фармакопеи США к воде очищенной:

- Электросопротивление воды > 0,8 МОм×см (около 0,7 мг/л TDS),
- TOC < 500 мкг/л,
- Количество бактерий < 100 КОЕ/мл,
- Дополнительные требования к воде для инъекций: бактерии < 0,1 КОЕ/мл и содержание пирогенов < 0,25 единиц эндотоксинов/мл

Таблица 10.1. Анализ общедоступной воды из двух различных регионов

Составляющие	Источник 1	Источник 2
Общее солесодержание, TDS (мг/л)	19	315
Хлориды (мг/л)	7,0	54
Сульфаты (мг/л)	3,9	88
Карбонаты (мг/л)		33
Нитраты (мг/л)		38
Натрий (мг/л)	2,8	44
Калий (мг/л)	0,3	10
Магний (мг/л)	0,8	15
Кальций (мг/л)	4,2	33
Кремний (мг/л)	1,3	6
Остаточный хлор (мг/л)	0,2	0,2
Общий органический углерод, TOC (мг/л)	2,0	
Цветность (в ед. мутности)	10	7
pH	9,2	7,4
Количество бактерий (КОЕ/мл)		5

Таким образом, становится ясно, что обработка потребляемой воды необходима фактически для всех процессов в чистых помещениях, а детализация систем водоподготовки и схемы размещения оборудования будут лишь отчасти изменяться от производства к производству. В задачи данной главы входит ознакомление с перечнем возможных технологий очистки, на основе которых могут быть сформированы компоненты систем получения чистой воды в целом. Перечень нежелательных составляющих в воде и некоторых процессов для их удаления представлен в табл. 10.2.

Таблица 10.2

Составляющие:	Частицы	Растворенные соли (ионы)	Растворенная органика	Бактерии
Возможная технология очистки	Грубые фильтры Песчаные фильтры Мембраны	Дистилляция Мембраны (RO, ED) Ионный обмен	Акт. уголь Мембраны Ионный обмен Нагревание	Мембраны УФ-облучение Химикаты

Перечень демонстрирует возможности баромембранных технологий очистки или разделения одного типа жидких смесей. Эти процессы охватывают разнообразные технологии, которые, в основном, включают в себя ряд «фильтров», способствующих выведению компонентов с последовательно уменьшающимися «размерами», как это проиллюстрировано на рис. 10.1.

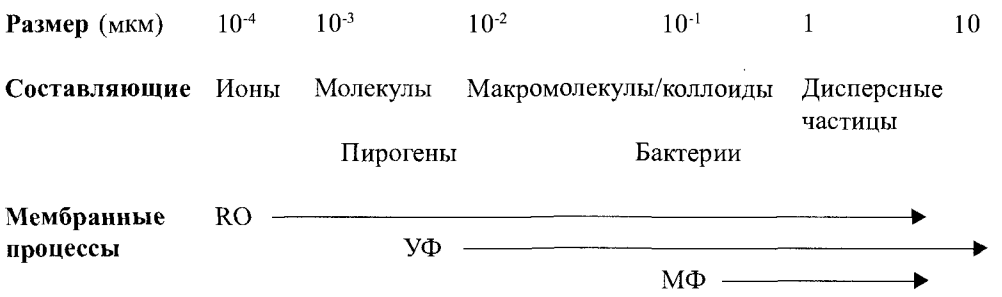


Рис. 10.1. Примерное представление о размерах примесей и их связь с баромембранными процессами. RO – обратный осмос; УФ – ультрафильтрация, МФ – микрофильтрация

Детальное описание технологий очистки воды будет начато с рассмотрения удаления растворенных ионных включений («солей») как наиболее удобное, поскольку данные процессы обладают дополнительным потенциалом по исключению других типов примесей и, следовательно, затрагиваются снова в последующих разделах главы.

УДАЛЕНИЕ РАСТВОРЕННЫХ ИОНОВ

Процессы удаления ионных включений из воды называются опреснением, обессоливанием или деминерализацией, причем возможны два способа очистки: удаление пресной воды из солевого раствора, или удаление солей из раствора. Примерами методов удаления воды из солевого раствора, являются:

- *Дистилляция*[1] *или, вернее, выпаривание* – обеспечивает при идеальных условиях автоматическое отделение чистого пара от солей, остающихся в растворе.
- *Замораживание* – кристаллы льда сами по себе практически не содержат солей и должны быть физически удалены из солевого раствора и промыты.
- *Гидратирование* или образование солевых гидратов, которые после удаления и промывки могут быть разложены для выделения чистой воды.
- *Обратный осмос* – «продавливание» молекул воды под влиянием приложенного внешнего давления, превышающего осмотическое давление раствора, через специальную «полупроницаемую» мембрану.

[1] В русскоязычной технической литературе дистилляция и выпаривание – два разных процесса, здесь и далее речь идет о выпаривании *(Прим. ред.)*.

Методами удаления солей из растворов являются:

- *Ионный обмен* – пропускание воды через насадочную колонну с насадкой из специальной или ионообменной смолы, содержащей вещества, имеющие обычно слабосвязанные водородные и/или гидроксильные ионы, которые могут быть заменены на примеси ионов в воде.
- *Электродиализ* – приложение электрического потенциала к воде таким образом, чтобы разноименно заряженные ионы двигались в противоположных направлениях. Присутствие чередующегося множества мембран, которые будут обеспечивать преимущественное пропускание катионов или анионов, способствует разделению воды на опресненную воду и солевой рассол.
- *Пьезодиализ* – перенос солей под давлением через мембрану, проницаемую как для катионов, так и для анионов, и непроницаемую для воды.

Такие процессы, как замораживание, гидратирование и пьезодиализ никогда не применялись в промышленном масштабе. В начале первой половины двадцатого столетия для получения воды хорошего качества практически использовалась только дистилляция, однако в конце 1930-х годов появился ионный обмен, следом за ним в 1940-х и 1950-х электродиализ и, наконец, обратный осмос в 1960-х.

Дистилляция до сих пор широко используется в фармацевтической промышленности, в особенности, из-за присущих ей достоинств возможнности удаления из воды бактерий, вирусов и пирогенов. В микроэлектронной индустрии используются два основных процесса опреснения воды – обратный осмос и ионный обмен, с включением дополнительно в этот цикл также и электродиализа. Эти четыре процесса и будут более детально описаны в следующих разделах.

Дистилляция

Процесс очистки загрязненной воды путем ее испарения и сбора конденсата для получения продукта, практически свободного от нелетучих примесей, остается неизменным в течение веков. Процесс обладает дополнительным свойством стерилизации продукта и может быть использован для обработки природной воды самой различной степени загрязненности. Однако бывают случаи, когда некоторые растворенные и коллоидные примеси уносятся вместе с парами воды в очищенный продукт.

Основные недостатки этого процесса – возможность переноса летучей органики в продукт (очищенную воду), а также очень высокие затраты энергии, связанные, в основном, с высокими значениями удельной теплоты парообразования воды. Поэтому все проектные работы по разработке промышленных дистилляционных установок направлены на уменьшение энергопотребления. Одним из обычных путей для достижения этого является использование воды, потребляемой на охлаждение, для подпитки испарителя (рис. 10.2). Простейшие дистилляторы такого типа малой производительности с погружным электрическим нагревателем широко используются, в основном, в лабораторных целях.

Дальнейшее улучшение характеристик дистиллятора достигается путем применения последовательно повторяющихся ступеней испарения/конденсации в одной установке, что позволяет эффективно повторно использовать подводимую энергию в едином цикле с энергией нагретого пара. Существует два основных пути для реализации этой задачи –

за счет применения многократного эффекта испарения или многоступенчатого процесса дистилляции. Эти два процесса в сочетании с другим, обеспечивающим снижение потребляемой энергии процессом – сжатием пара, описываются ниже.

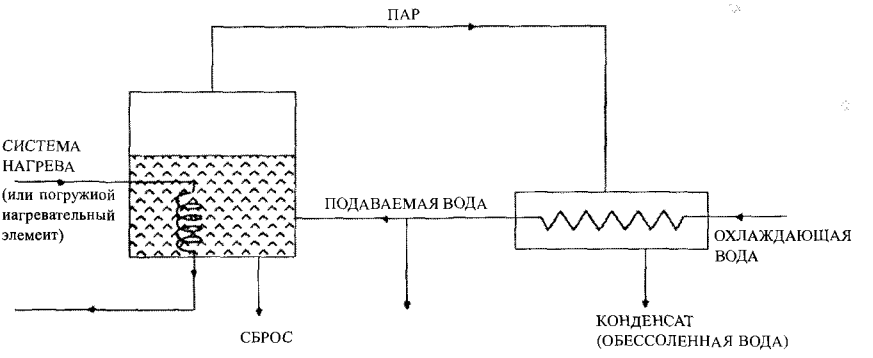


Рис. 10.2. Принципиальная схема простейшей установки дистилляции (выпаривания)

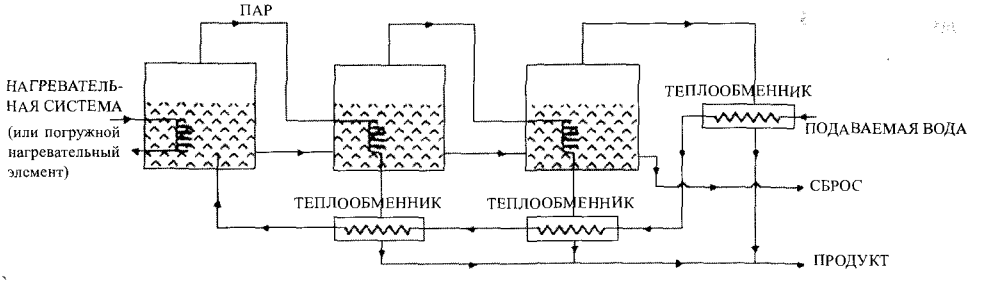


Рис. 10.3. Принципиальная схема трехступенчатой выпарной установки

Многоступенчатое выпаривание (ME – Multiple-Effect) При многоступенчатом выпаривании пар, называемый вторичным и получаемый при относительно высоком давлении (несколько атмосфер) из подаваемой на очистку воды на первой ступени установки, используется для доведения до кипения опресняемой воды при более низком давлении и температуре на второй ступени установки и так далее. Конденсат пара от всех этих воздействий (исключая самое первое) представляет собой очищенный продукт. Принципиальная схема трехступенчатой выпарной установки представлена на рис. 10.3.

Затраты тепла при многоступенчатом (ME) выпаривании пропорциональны количеству стадий испарения. Выбор числа ступеней выпаривания (оптимального числа ступеней) – задача оптимизации, т. к. при увеличении количества аппаратов (ступеней) растут капитальные, но, одновременно, уменьшаются эксплуатационные расходы. Существуют различные проектные решения выпарных установок. Чаще всего это вертикальные аппараты с различным количеством – от трех до восьми – разделительных ступеней, с нагревом либо от первичного источника пара, либо с применением погружного нагревателя.

Улучшение характеристик МЕ-дистиллятора может быть достигнуто за счет испарения тонкой пленки подаваемой воды с внутренней или с внешней поверхности трубок. Например, в горизонтальном выпарном аппарате со стекающей пленкой (рис. 10.4) предварительно нагретая вода распыляется над наружной поверхностью горизонтально расположенных трубок и частично испаряется под действием пара (подаваемого из предыдущей ступени), конденсирующегося внутри трубок. В другом варианте – в испарителе с вертикально расположенными трубками – испарение происходит из пленочного потока опресняемой воды внутри вертикально расположенных трубок с подачей пара вдоль внешней поверхности трубок.

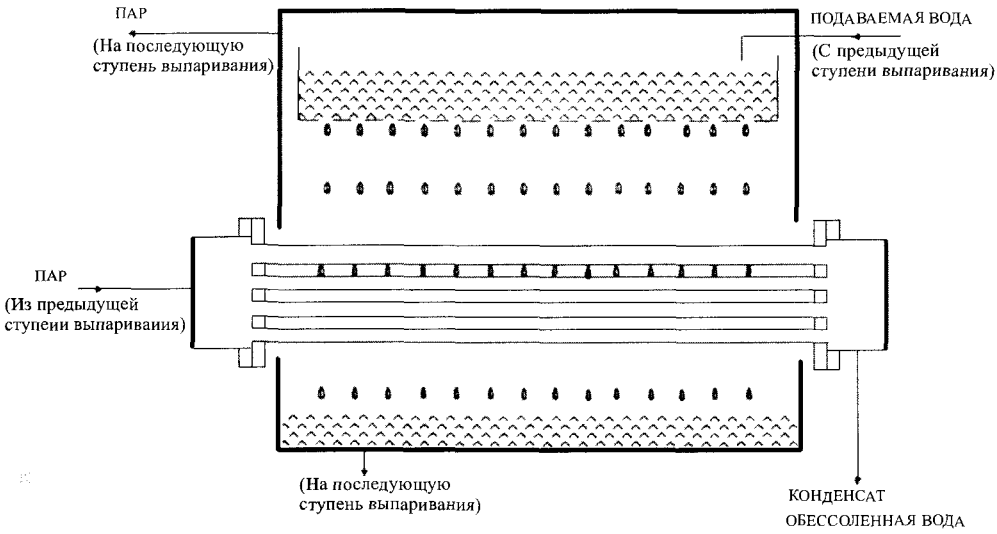


Рис. 10.4. Принцип работы горизонтального выпарного аппарата со стекающей пленкой

Многоступенчатое мгновенное выпаривание (дистилляция) (MSF – Multistage Flash Distillation) В этом типе установок исходная вода, перед тем как быть пропущенной через специальное сопло внутрь большой камеры, подается насосом внутрь нагревателя при таком давлении, при котором еще не происходит кипение, т. е. вода находится в перегретом состоянии. Уменьшение давления влечет за собой моментальное превращение части воды в пар. Затем опресняемая вода пропускается через другое сопло в соседнюю «камеру моментального испарения», где продолжается процесс моментального парообразования и так далее до нижней части установки. Хотя данный процесс является доминирующим для широкомасштабного производства пресной воды из морской в различных частях света (особенно на Среднем Востоке), MSF-процесс не является предпочтительным для небольших установок, обычно применяемых в фармацевтическом производстве.

Сжатие пара (VC – Vapour Compression) Другим подходом к снижению потребления энергии в дистилляторе является сжатие (ранее, чем он сконденсируется) пара, получаемого на обычной стадии дистилляции. Эффект сжатия пара заключается в нагреве его

до температуры выше температуры кипения подаваемой на опреснение воды (из которой он был получен). Затем сжатый пар может быть возвращен в ту же дистилляционную камеру, из которой он был выделен и использован для замещения первичного пара. Цикл повторяется непрерывно. Процесс схематично представлен на рис. 10.5, из которого видно, что как дистиллят, так и отводимый загрязненный остаток используются для предварительного нагрева подаваемой воды в теплообменнике. Однажды начатый, VC-процесс потребляет относительно мало энергии; основное потребление связано с работой компрессора.

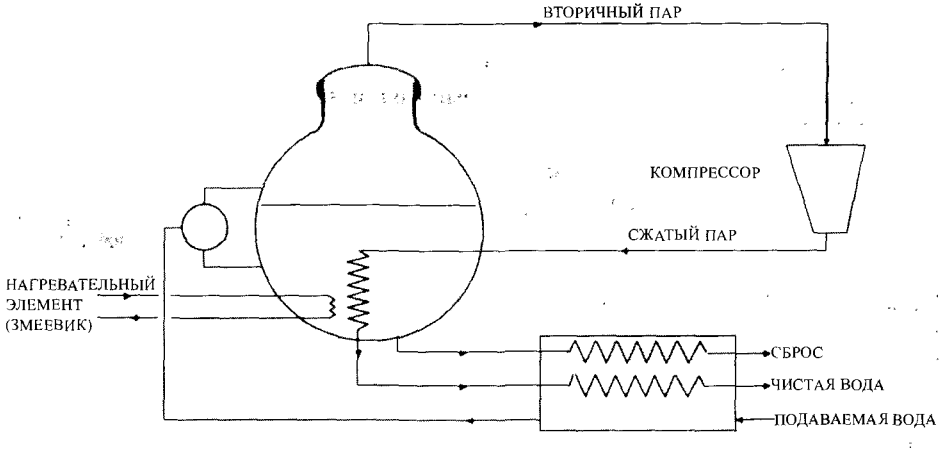


Рис. 10.5. Схематическое представление паро-компрессионого испарителя

В зависимости от типа компрессора существует два различных типа VC-дистилляторов:

1. *Механический паровой компрессор.* Применяется стандартный компрессор центробежного типа или воздуходувка Рутса (Roots). Преимущественно используется при доступной электрической энергии.
2. *Термический паровой компрессор.* Представляет собой следующее одно за другим расширение и сжатие пара, пропускаемого через систему сопел, в результате чего достигается требуемое увеличение давления. Этот вариант имеет преимущество за счет уменьшения количества движущихся частей и предпочтителен там, где доступна подача пара с умеренным давлением.

Коммерческий VC-дистиллятор может быть построен на однократном или многократном эффекте, в котором пар на низкотемпературной стадии сжимается и возвращается в нагретом виде на первичную ступень.

Обратный осмос

Основной принцип Если раствор нелетучего компонента (например, хлорида натрия) отделен от чистого растворителя (например, воды) или просто более разбавленного раствора мембраной, которая является проницаемой для растворителя и непроницаемой для данного растворенного компонента, то будет наблюдаться эффект самопроизволь-

ного проникновения растворителя через мембрану в более концентрированный раствор под действием движущей силы, известной как *осмотическое давление* (рис. 10.6(a)). Это перемещение молекул воды, разбавляющих концентрированный водный раствор, будет продолжаться до тех пор, пока возникающее за счет входящего потока избыточное давление в концентрированном растворе не станет равным по своей величине обратно-осмотическому давлению, и тогда поток прекратится из-за установившегося по обе стороны мембраны термодинамического равновесия (рис. 10.6(b)).

Обратный процесс – опреснение может быть достигнуто путем, представленным на рис. 10.6(a). Так, если со стороны концентрированного раствора приложить давление выше осмотического, то будет происходить проницание (проникновение) через мембрану чистого растворителя, например, воды (рис. 10.6 (c)). Это является основой процесса обратного осмоса (RO – Reverse Osmosis), и на рис. 10.7 представлена простейшая его схема.

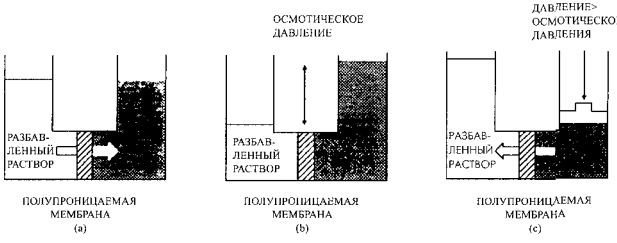


Рис. 10.6. Осмос и обратный осмос

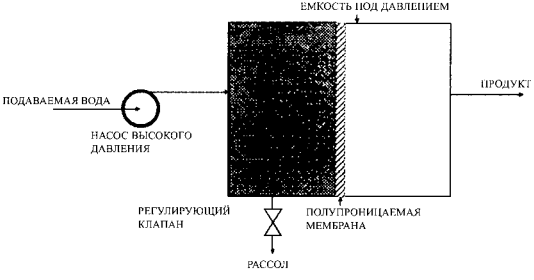


Рис. 10.7. Упрощенное представление обратно-осмотической системы

Величина осмотического давления любого раствора прямо пропорциональна концентрации компонентов в растворителе, т. е. величине общего солесодержания (TDS) водного раствора. Таким образом, минимально необходимое давление (и, следовательно, энергетические затраты) для обратного осмоса увеличиваются с увеличением солевого содержания в воде, подвергаемой опреснению. Так, например, осмотическое давление растворов, содержащих 100 мг/л, 0,8% и 3,2% хлорида натрия составляет соответственно 0,08; 6,8 и 27 бар. В то время как осмотическое давление представляет собой минимально требуемое давление для создания условий обратного осмоса, промышленные установки требуют создания давления, значительно его превосходящего, поскольку получаемый поток воды прямо пропорционален величине, на которую рабочее давление превышает осмотическое:

$$\text{Поток воды } (м^3/м^2 \text{ в день}) = k_1 (\Delta \rho - \Delta \pi), \quad (1)$$

где $\Delta \rho$ и $\Delta \pi$ – соответственно рабочий перепад давления и разность осмотических давлений (через мембрану) и k_1 – проницаемость чистой воды через данную мембрану.

Другим важным требованием установок обратного осмоса является применение отвода солевого концентрата с минимизацией возможности проникновения солей через мембрану.

$$\text{Поток соли} = k_2 \Delta C , \quad (2)$$

где k_2 – константа солевой проницаемости, а ΔC – разница концентраций соли в исходной и очищенной воде. Солевой сброс, в основном, определяется следующим образом:

$$\text{Солевой сброс} = (C_f - C_d)/C_f,$$

где C_f – концентрация соли в подаваемой воде и C_d – концентрация соли в продукте. В вышеприведенном соотношении концентрация солей обычно выражается в терминах общего солевого содержания, TDS, однако следует отметить, что обратноосмотические мембраны обладают разными способностями по удалению различных ионов. В основном, наилучшее удаление в бóльшей степени присуще многовалентным ионам, нежели одновалентным.

Следует, однако, предупредить, что чем выше достигаемый поток очищенной воды, тем выше должен быть поток отводимого концентрата. Следовательно, увеличение рабочего давления приводит к достижению двух преимуществ, а именно, увеличению потока чистого продукта и его чистоте.

Другим важным рабочим параметром является понятие «выход»:

$$\text{Выход} = (\text{поток продукта})/(\text{поток подаваемой воды})$$

Обычно этот параметр характеризует степень извлечения выделяемой опресняемой воды из всего потока подаваемой воды. Очевидно, что крайне желательным является увеличение степени использования воды, которая в основном равна 70–80%. Верхний предел достигаемой степени использования воды определяется величиной TDS подаваемой воды (увеличение TDS приводит к снижению степени извлечения пресной воды) и ионным содержанием подаваемой воды (которое, например, может лимитировать степень использования воды, принимая во внимание возможность закупоривания пор

RO-мембраны при осаждении на нее солей с низкой растворимостью, таких, например, как карбонат кальция).

Другим рабочим параметром, имеющим непосредственное отношение к процессу, является температура. Увеличение температуры снижает селективность процесса разделения, но при этом приводит к увеличению потока воды через мембрану, т. е. увеличивает производительность мембраны при снижении вязкости воды.

Обратноосмотические мембраны Промышленное применение и дальнейшее развитие технологии обратного осмоса непосредственно связано с доступностью мембранного материала в соответствующей форме. Полупроницаемые мембраны для коммерческой очистки воды методом обратного осмоса состоят из тонких пленок полимерных материалов, которые впервые стали использоваться в 1960 г. Для целей опреснения воды были разработаны мембраны с высокой проницаемостью по воде и в то же время непроницаемые для солей. Достичь этого было достаточно сложно, поскольку увеличение селективности мембраны вызывает увеличение сопротивления водному потоку. Прорыв в мембранной технологии наступил, когда были найдены методы производства ацетатцеллюлозных мембран, которые объединили в себе оба требуемых свойства путем применения очень тонкой плотной оболочки («активного слоя») на поверхности пористой подложки. Тонкая пленка (так называемая «асимметричная мембрана») обладала хорошими свойствами по удалению солей и, имея толщину около 1 мкм, могла также обеспечить приемлемый поток воды – пористая подложка обеспечивала механическую поддержку активного или, вернее, селективного слоя без существенного влияния на гидравлическое сопротивление мембраны в целом.

Асимметричные ацетатцеллюлозные (АЦ) мембраны, как правило, обеспечивают эффективность (селективность) по удалению солей на уровне 92% – 97% и поток воды 0,4 – 0,8 $м^3/м^2$ в день. Более поздние исследования в мембранной технологии привели к улучшению характеристик – удельной производительности и селективности, а также были направлены на использование материалов, которые применимы в более широких диапазонах pH и обладают меньшей тенденцией сжатия пористой подложки (что может привести к снижению потока), чем АЦ-мембраны. Из целого ряда исследованных и разработанных материалов наиболее успешной альтернативой ацетатцеллюлозным являются *полиамидные* мембраны. Однако важно помнить, что полиамидные мембраны подвержены необратимому разрушению даже при кратковременном контакте с водой, содержащей хлор. В этом случае исходная вода должна быть эффективно дехлорирована, прежде чем поступит в модуль обратного осмоса.

Многие из недавно разработанных обратноосмотических мембран выпускаются как тонкопленочные «композиционные мембраны». Существенной разницей между такими мембранами и традиционным рядом целлюлозно-ацетатных мембран является то, что последние состоят из рабочего и поддерживающего слоев, получаемых при производстве как единое целое, в то время как в композиционных мембранах эти два слоя производятся на различных стадиях и, зачастую, состоят из различных полимеров (рис. 10.8). В последнем случае значительно легче обеспечить улучшение характеристик одного слоя без риска снижения характеристик другого слоя. Одной из крайне полезных особенностей конструкции композиционных мембран является возможность создания значительно более тонких активных слоев, чем это возможно на основе асимметричной формы. Современные композиционные мембраны обеспечивают лучшее отделение солей без

малейшего снижения потока пропускаемой воды по сравнению с мембранами на основе ацетата целлюлозы. Различные варианты таких тонкопленочных композиционных мембран производятся для опреснения морской воды или (что является более интересным для настоящей книги) для обработки слабосоленой воды с TDS на уровне от нескольких сотен до нескольких тысяч мг/л. Например, для такой слабосоленой воды RO-мембраны работают при давлении 8 атм, обеспечивая эффективность удаления большинства солей до 98–99%.



Рис. 10.8. Схематичное представление композиционной мембраны

Загрязнение RO-мембран Как показано на рис. 10.1, установка обратного осмоса может рассматриваться едва ли не как абсолютный фильтр для удаления примесей из воды. Однако, несмотря на преимущества, свойственные данному процессу, он имеет и свои слабости. RO-мембрана склонна к загрязнению рядом исходных компонентов воды. Несмотря на очищающее действие непрерывного потока через мембрану и вдоль нее, высокое содержание взвешенных в исходной воде веществ, биологических организмов или растворенных солей на пределе их растворимости будет приводить к осаждению этих компонентов на поверхности мембраны. Этот загрязняющий слой приводит к значительному ухудшению характеристик мембраны, в частности, к росту перепада давления, увеличению солесодержания в продукте и снижению потока чистого продукта до такой степени, что потребуются частые остановки процесса для проведения очистки мембраны и, в конце концов, ее замена.

Влияние концентрации солей на процесс обратного осмоса Имеют место два следствия работы RO-мембраны при преимущественном пропускании через нее молекул воды из солевого раствора:

1. При движении воды вдоль RO-мембраны происходит непрерывное увеличение солевого содержания в основном потоке.
2. Дополнительно наблюдается тенденция накопления отводимой соли в пограничном слое концентрата, прилегающем к поверхности мембраны. Это явление известно как *концентрационная поляризация*.

Оба этих явления сказываются на снижении прикладываемого давления ($\Delta p - \Delta \pi$) в уравнении (1) и на увеличении потока соли, см. уравнение (2), вызывая, таким обра-

зом, снижение средних показателей установки по сравнению с расчетными характеристиками, базирующимися на составе входной воды. Важной особенностью при проектировании и разработке установки обратного осмоса является минимизация степени концентрационной поляризации.

Конфигурация установки обратного осмоса Установка обратного осмоса обычно собирается на модульной основе. Коммерчески доступные мембраны поставляются в виде относительно небольших модулей, состоящих из мембран, смонтированных на системе подложек внутри емкости, пригодной для работы под давлением и укомплектованной разъемами для подачи исходной воды, отбора продукта и сброса концентрата. Разработка и конструирование обратноосмотических систем распадается на две, зачастую совершенно разные стадии, т. е. на (а) разработку и производство мембран и мембранных модулей (их производством занимается несколько больших компаний) и (б) разработку и конструирование установок обратного осмоса, собранных из коммерчески доступных мембранных модулей (здесь активность проявляет достаточно большое количество производителей).

В конечную задачу разработки мембранных модулей входит:

- Обеспечение большой поверхности мембраны в относительно небольшом объеме модуля;
- Выбор подходящей подложки мембраны для поддержания больших перепадов давления на мембране;
- Минимизация эффекта концентрационной поляризации (КП);
- Минимизации гидравлических потерь давления в обоих каналах – концентрата и чистого продукта.

Эти требования привели к развитию четырех основных конструкций модулей: плоскорамного, трубчатого, рулонного и на полых волокнах, из которых именно два последние доминируют в применении к очистке воды и, следовательно, будут рассмотрены ниже.

Рулонные системы Этот тип модулей использует мембраны в удобной плоской форме. Мембрана выпускается на тканевой основе, затем две мембраны склеиваются вместе с пористым материалом, размещенным между ними. Этот пористый материал обеспечивает последующий отвод потока чистой воды после ее прохождения через мембрану. Затем три края полученного «сэндвича» заклеиваются, а четвертый край приклеивается к центральной трубке, содержащей соответствующее количество специальных отверстий в стенках и действующей как коллектор чистой воды. Сверху на герметизированный мембранный сэндвич помещается гибкая объемная сетка и все это в собранном виде накручивается вокруг центральной коллекторной трубки, образуя рулонный мембранный элемент (рис. 10.9). Полученный элемент затем монтируется в цилиндрический сосуд, рассчитанный на работу под давлением и изготавливаемый, как правило, из полимера, армированного стекловолокном. Подаваемый поток проходит коаксиально оси цилиндра вдоль объемной сетки и, проникая через мембраны, попадает в пористый материал, по которому поступает к центральному коллектору. В таких системах используются все типы мембран, включая целлюлозно-ацетатные, полиамидные и другие мембраны композиционного типа.

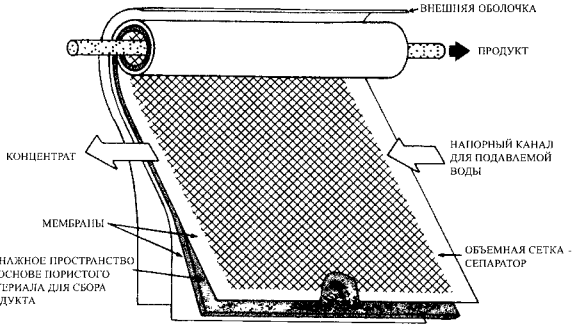


Рис. 10.9. Рулонный элемент

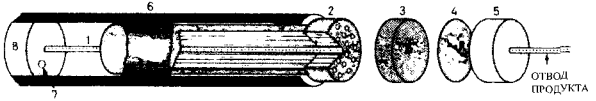


Рис. 10.10. Модуль обратного осмоса на полых волокнах (объяснение компонентов дано в тексте)

Системы на полых волокнах Эти системы, как показано на рис. 10.10, используют большое количество полых волокон – капилляров диаметром с человеческий волос (полые волокна обладают внешним диаметром около 80 – 200 мкм и внутренним сечением около половины внешнего диаметра). Эти системы обеспечивают высокую плотность упаковки мембран и, кроме того, имеют дополнительное преимущество, которое заключается в том, что рабочее давление, действующее снаружи на такое маленькое волокно, позволяет использовать мембранный материал без какой-либо механической подложки, поскольку высокое давление действует извне полого волокна, сжимая его. Мембранный модуль, обычно называемый половолоконным пучком, изготавливается путем наматывания полого волокна вокруг основы, ширина которой равна длине половолоконного пучка. Затем основа скручивается вокруг водораспределительной трубки (1) так, чтобы полое волокно было расположено параллельно оси трубки, и оба конца полученного таким образом половолоконного пучка заливаются эпоксидной смолой. После этого один из герметизированных эпоксидной смолой краев пучка (2) отрезается для получения открытых концов полых волокон, через которые обеспечивается выход чистого продукта. Этот открытый конец трубчатого элемента снабжается пористым блоком (3) и сепаратором (4), отделяющим его от крышки корпуса со стороны выхода продукта (5). С другого конца работающего под давлением корпуса (6), внутрь которого вставлен половолоконный

пучок, подается поток исходной воды по направлению вдоль центральной трубки (1), а концентрат выводится через отверстие (7) в заглушке (8). Входной поток воды подается внутрь емкости под высоким давлением для проникновения воды в радиальном направлении внутрь пучка. Пермеат проходит через стенки полых волокон, попадает в их внутреннее сечение и выводится через открытый конец пучка.

Достигаемая производительность по выходному потоку (не менее 0,01 $м^3/м^2$/день) при использовании половолоконных мембран на два порядка меньше величины, свойственной рулонным системам. Рабочее давление также должно быть ниже из-за бесподложечной природы половолоконных мембран. Однако малый выходной поток означает, что величина концентрационной поляризации незначительна и компенсируется более высокой плотностью упаковки (около 30 000 $м^2/м^3$), свойственной полым волокнам (плотность упаковки мембран в рулонных системах составляет порядка 600 $м^2/м^3$). Важным недостатком при использовании полых волокон является то, что проход концентрата через волоконный пучок очень стеснен и может очень легко забиваться взвешенными в воде твердыми частицами, содержащимися в потоке входной воды. Поэтому необходимо обеспечивать весьма тонкую фильтрацию в системе предварительной очистки воды перед обратным осмосом.

Устройство модулей Как в рулонных системах, так и в половолоконных, высокая производительность достигается путем подачи входного потока под давлением на соответствующее количество мембранных модулей, расположенных параллельно. На слабосоленой воде мембраны могут зачастую обеспечивать подходящую степень обессоливания за один проход через модуль. Но если важным требованием к установке является высокая степень использования воды (что бывает довольно часто), то используется метод «каскадирования» рассола. Он включает использование отводимого с первой ступени параллельных модулей рассола в качестве исходной воды на второй ступени и так далее.

Экономия энергии в установках обратного осмоса Важным компонентом потребления энергии установками обратного осмоса является насос высокого давления для входного потока воды. Примером экономии энергии может служить использование мощности, заключенной в потоке соленой воды, для приведения в движение турбин, которые при вращении приводят в действие насосы высокого давления посредством трансмиссионной передачи. Экономия около 30% на насосных затратах является существенной для установок опреснения морской воды, однако для установок, работающих на относительно низких уровнях TDS входной воды, использование такой возвратной энергии менее существенно с точки зрения значительно более длительного времени возврата денег, вложенных в виде капитальных затрат на турбины и т. д.

Нанофильтрация Этот процесс может быть рассмотрен как вариант основного процесса обратного осмоса. Нанофильтрация использует мембраны, специально приспособленные для достижения высокой степени отделения многовалентных ионов по сравнению с одновалентными. Приемлемый выходной поток может быть достигнут при относительно низком рабочем давлении, и процесс иногда называют низконапорным обратным осмосом. Все это означает, что основным применением нанофильтрации является умягчение воды, включающее удаление таких ионов как кальций, магний, барий и стронций.

Ионный обмен

Основные принципы Этот метод заключается в удалении из раствора ионов одного типа с их замещением на эквивалентное количество других ионов с таким же зарядом. Таким образом, существует два вида ионного обмена:

1. *катионный обмен*, в котором удаляются из воды некоторые или все катионы (кальций, натрий, и др.) и
2. *анионный обмен*, в котором из воды удаляются некоторые или все анионы (хлориды, сульфаты и др.).

На рис. 10.11 показана схематическая диаграмма одного из типов ионообменной системы. Верхнее отделение или колонна (катионообменник) содержит огромное количество мелких (типичный размер 0,5 мм в диаметре) частиц смолы, каждая из которых содержит слабо связанные и, благодаря этому, легко замещаемые $(H)^+$ ионы и сильно связанные, фиксированные анионы (не показаны для ясности картинки в целом). При проходе воды через колонну катионы любого вида (показаны как прозрачные треугольники) в воде имеют тенденцию абсорбироваться на частицах смолы в обмен на слабо связанные ионы водорода. Таким образом, поступающая из верхнего отделения вода содержит ионы водорода и анионы (показаны как черные треугольники), исходно присутствовавшие в воде. Получающийся раствор проходит через вторую, нижнюю колонну (анионообменник), в котором частицы смолы содержат слабо связанные, замещаемые

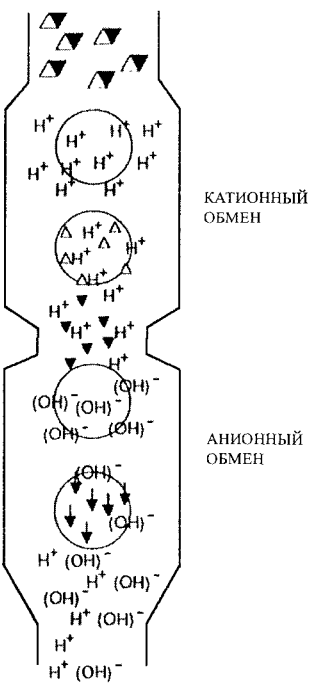


Рис. 10.11. Катионо- и анионообменные колонны, включенные последовательно

$(OH)^-$ ионы и сильно связанные, фиксированные катионы (не показаны по тем же причинам). Таким образом, при прохождении воды через нижнюю колонну анионы из раствора (включая также полученные путем замещения из кремния) заменяются на смоле на гидроксильные ионы, и выходящая вода, очищаясь, содержит преимущественно ионы водорода, гидроксильные ионы и молекулы воды, хотя, как будет описано позднее, на практике процесс не обладает 100%-ной эффективностью.

Ионообменные реакции, описанные выше, могут быть представлены в следующем виде:

Катионный обмен $(H)^+_R + M^+ = (M^+)_R + (H)^+$ (3)

Анионный обмен $((OH)^-)_R + X^- = (X^-)_R + (OH)^-$ (4)

Здесь подстрочный индекс R представляет различные ионы со свободными связями на частицах смолы, M^+ является однозарядным катионом (например, Na^+), присутствующим в воде, а X^- – аналогичным однозарядным анионом (например, Cl^-), присутствующим в воде.

Ионообменная система, представленная на рис. 10.11 и описанная ранее, удаляет из подаваемой воды все виды ионных загрязнений. Этот процесс часто называют «деминерализацией». Хотя такой тип ионного обмена в значительно большей степени относится к производству высокочистой воды (такой, как этого требует производство электронных компонентов) и, следовательно, ему будет уделено здесь больше внимания, ионный обмен часто используется и в других целях, где требуется удаление определенных ионов. Для этого применяют различные типы ионообменных смол, содержащих альтернативные заменяемые ионы на ионы водорода и гидроксила, что также показано на рис. 10.11.

Регенерация смолы Понятно, что если вода непрерывно проходит через, например, катионообменную колонну, то количество ионов водорода на частицах смолы, доступных ионному обмену, со временем снижается. Смола постепенно вырабатывается, начиная со входа в колонну, с постепенным передвижением отработанной зоны к нижней части колонны. Со временем настанет необходимость остановить процесс, чтобы регенерировать содержимое колонны.

Для сильно кислотных (содержащих водородные ионы) катионных смол регенерация может быть проведена пропусканием через колонну сильных кислот, таких как хлористоводородная, которая создает в воде высокую концентрацию H^+ ионов, что побуждает реакцию (3) пойти в обратную сторону (т. е. влево), чтобы со временем восстановить смолу до состояния, пригодного для дальнейшей очистки воды.

Подобным образом для регенерации сильно анионообменной смолы (содержащей $(OH)^-$) может быть использовано сильное основание, например, гидроксид натрия (NaOH).

Ясно, что частота регенерации будет сильно зависеть от солевого содержания (TDS) в исходной воде, подаваемой в ионообменную колонну. Этот фактор определяет полезность использования ионного обмена при деминерализации воды именно для финишного опреснения, когда подаваемая на очистку вода будет уже содержать относительно малое количество ионных примесей. Использование ионного обмена для опреснения воды с высоким содержанием солей было бы крайне неэкономично ввиду необходимости проведения очень частой регенерации.

Селективность ионного обмена и влияние на регенерационную практику Специфичная катионообменная смола не обладает равной способностью к удалению всех положительно заряженных ионов в исходной воде. Аналогично и анионообменная смола обладает различным сродством к разным отрицательно заряженным ионам. Число зарядов у отдельных видов ионов смолы («валентность» иона) является основным фактором при определении селективности. Вообще говоря, ионообменная смола с водородными или гидроксильными ионами имеет бóльшую склонность к многовалентным ионам, чем к низковалентным. Другими словами, такая катионообменная смола будет более селективна по отношению к Al^{3+}, чем к Ca^{2+} и далее к Na^{+}. Более расширенное сравнение относительной селективности обоих типов сильно кислотных и сильно основных ионообменных смол представлено ниже:

$$Ba^{2+} > Ca^{2+} > Mg^{2+} >> (NH_4)^{+} > K^{+} > Na^{+} > H^{+}$$

$$(SO_4)^{2-} >> (NO_3)^{-} > (HSO_4)^{-} > Cl^{-} > (HCO_3)^{-} > (HSiO_3)^{-} > (OH)^{-}$$

Эти соображения по селективности означают, что «проскок» или «утечка» примесных ионов через ионообменную колонну предпочтительнее всего будет касаться низковалентных ионов, поскольку более «высокопритягиваемые» ионы будут обладать большей тенденцией быть «выдернутыми» из воды первыми и, следовательно, быть размещенными в течении процесса в верхней зоне колонны. Например, при содержании в подаваемой воде ионов Ca^{2+}, Mg^{2+} и Na^{+} вблизи точки выхода из катионообменника (рис. 10.12 (a)) будут преимущественно располагаться следующие один за другим слои из Ca^{2+}, Mg^{2+} и Na^{+} (и, возможно, H^{+} в самой нижней части). Эта ситуация будет приводить к проблемам при последующем процессе регенерации в том случае, если регенерация проводится в направлении, аналогичном направлению потока в процессе вымывания, т. е. в рабочем цикле, поскольку ионы Ca^{2+}, покидая верхнюю зону и двигаясь вниз, будут удалять ионы с более низким сродством, такие как Na^{+}, в результате чего слой с ионами Ca^{2+} окажется самым нижним, что увеличит проскок при последующих рабочих циклах (рис. 10.12 (b)). Решением данной проблемы является противоточная регенерация, которая гарантирует наибольшую регенерацию нижней зоны колонны. Действительно, противоточная регенерация обеспечивает ряд существенных преимуществ. Это касается эффективности регенерации, экономии регенерирующего компонента, рабочей емкости и качества обработанной воды, позволяя на установках с одним слоем смолы получить качество, соответствующее «качеству установок смешанного слоя» (см. далее). Однако практика использования регенерации в режиме противотока намного сложнее. Это является следствием того, что преимущества противотока зависят от степени возмущенности слоя смолы при следующих друг за другом циклах работы/регенерации. Существует два основных метода проведения регенерации без внесения возмущений в слой смолы.

1. Один из подходов заключается в том, чтобы в процессе регенерационной фазы прижать слой сверху вниз потоком воздуха или воды из верхней части колонны, как показано на рис. 10.12 (c). Недостатком этого метода является необходимость наличия значительного объема так называемого «незагруженного» пространства в верхней части колонны.

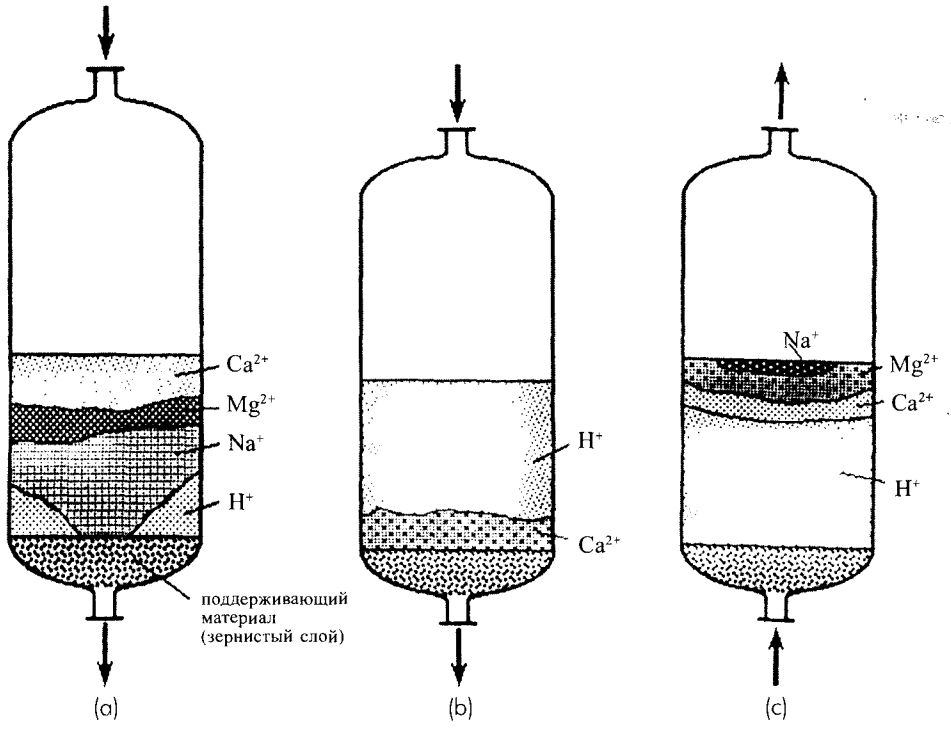


Рис. 10.12. Схематическое представление последовательности селективности ионного обмена в катионной колонне: a – в конце срока эксплуатации смолы, b – после регенерации при прямотоке, c – после регенерации в противотоке

2. Альтернативной стратегией, позволяющей добиться уменьшения этого оставшегос незагруженным пространства (которое вынуждает увеличивать размеры емкост и требует дополнительного пространства при размещении систем обработки воды является более полное заполнение емкости с последующим подъемом целико всего слоя смолы относительно верхней перегородки в течении идущей ввер регенерации. Сверху ионообменной смолы размещают слой инертной смолы, чтоб обеспечить свободный проход взвешенных твердых частиц и мелких частиц смол без потери полезной (рабочей) смолы. Такая система называется «упакованно колонной», при этом в некоторых противоточных конструкциях используется рабочи поток, направленный вверх, и последующая регенерация, направленная вниз.

Возвращаясь к проблеме проскока, следует отметить, что в особенности это отно сится к выносу (вымыванию) анионов кремниевой кислоты в анионообменниках из-з относительно слабого их связывания смолой. Действительно, контроль уровня кремни в выходном потоке из ионообменника иногда используется для определения необходи мости его регенерации. Проскок хлорида может быть иногда связан с прекращение удаления органики из входного потока ионообменником в результате снижения хара теристик анионной смолы вследствие ее загрязнения.

Степень деионизации, достижимая при ионном обмене Рассмотрим работу катионообменной колонны, через которую в процессе эксплуатации пропускается исходная вода. Напишем реакцию (3) для отдельного иона, например для Na^+:

$$(H^+)_R + Na^+ = (Na^+)_R + H^+ \qquad (5)$$

Правая часть реакции (5) свидетельствует об обмене ионов Na^+ из входного потока на H^+ ионы на смоле, и результатом этого будет постепенное увеличение данного типа ионов согласно правой части уравнения (5) и уменьшение их концентрации в левой части уравнения. Как может быть предположено интуитивно и строго обосновано научно, исходя из принципов химической термодинамики, эти концентрационные изменения постепенно снижают движущие силы реакции (5) в направлении вправо вплоть до прихода реакции в конечном итоге к термодинамическому равновесию и остановке. Подобное описание процесса также применимо и к другим катионам (например, Ca^{2+}, Mg^{2+}), присутствующим во входном потоке. Вследствие такого влияния термодинамических условий будет достигнут предел достижимой степени деионизации, и выходящая из катионообменной колонны вода будет все еще содержать остаточную концентрацию примесей катионов. Дальнейшее удаление этих остаточных катионов потребовало бы пропускания частично очищенной воды через другой катионообменник, и можно сделать вывод, что *полное* удаление примесей катионов из воды потребовало бы неограниченного числа последовательно установленных катионообменников.

Подобные явления имеют место и при удалении примесей анионов (таких как Cl^-, $(SO_4)^{2-}$) с незначительными изменениями. Так, например, для анионообменника, расположенного следом за катионообменником, анионообменная реакция по основному уравнению (4) может продолжаться до некоторой степени далее вправо из расчета имеющей место реакции выделяющихся ионов $(OH)^-$ с H^+ ионами, поступающими из выхода катионной колонны:

$$(H)^+ + (OH)^- = H_2O \qquad (6)$$

Действительно, данная ситуация подтверждает стратегию по увеличению степени деионизации, достигаемой в ионообменной установке, т. е. в случае применения колонны со «смешанным слоем», которая содержит одновременно катионообменную и анионообменную смолы. В такой установке H^+ ионы, поступающие в пропускаемый раствор из катионообменого слоя, могут быть тут же связаны $(OH)^-$ ионами, поступающими в раствор из имеющихся частиц анионообменной смолы. Таким образом, реакции (3) и (4) могут быть продолжены в значительной степени далее вправо, обеспечивая значительно более высокую степень деминерализации на одной установке смешанного слоя, и, как следствие, снижая количество оборудования, необходимого для достижения определенного желаемого уровня очистки. По этой причине вариант смешанного слоя применяется на финишной стадии получения сверхвысокочистой воды – хотя это преимущество влечет за собой дополнительные расходы вследствие относительно сложного регенерационного цикла, что будет рассмотрено в следующей главе.

ЭЛЕКТРОДИАЛИЗ

Основные принципы

Поскольку растворенные соли существуют как заряженные ионы, пропускание постоянного тока через опресняемый раствор будет вызывать миграцию положительно и отрицательно заряженных ионов в противоположные стороны. Если при этом поместить в воду пару мембран, одна из которых («катионопроницаемая мембрана») позволяет селективно пропускать катионы, а другая («анионопроницаемая мембрана») позволяет создать селективный проход анионов, то вода между мембран начинает опресняться.

Электродиализные (ЭД) ячейки показаны на рис. 10.13. Они содержат электроды и серию отделений или каналов, обычно шириной 1 мм, разделенных мембранами. Чередующиеся мембраны являются анионопроницаемыми («А» на рис. 10.14) и катионопроницаемыми («С» на рис. 10.14). Мембраны представляют собой тонкие листы полимера, которые были предварительно обработаны для придания им селективной проницаемости и фактически являются ионообменными смолами в листовой форме.

Под влиянием приложенного между электродами потенциала ток, протекающий внутри ЭД-ячейки, проводится катионами, которые начинают мигрировать в направлении отрицательно заряженного электрода (катода) и анионами, которые начинают двигаться по направлению к положительно заряженному электроду (аноду).

Чтобы понять, как происходит очистка воды в ячейке, рассмотрим упрощенный вариант системы, представленный на рис. 10.14 и, в особенности, происходящее в ячейке D_1. В воде присутствуют различные катионы (Na^+, Ca^{2+} и т. д.), которые могут свободно проходить через катионопроницаемую мембрану в одном конце ячейки, и анионы, которые способны проходить через анионопроницаемую мембрану с противоположной стороны. Однако ни катионы, ни анионы не в состоянии покинуть ячейку F, поскольку мембраны в направлениях, по которым двигаются ионы (под влиянием потенциала), не являются тем типом мембран, которые могли бы их пропустить. Однако ионы могут уходить из ячейки D_2.

Рабочий режим, описанный выше, иногда называют «однонаправленным ЭД», и установки такого типа выпускаются некоторыми производителями. Однако некоторые

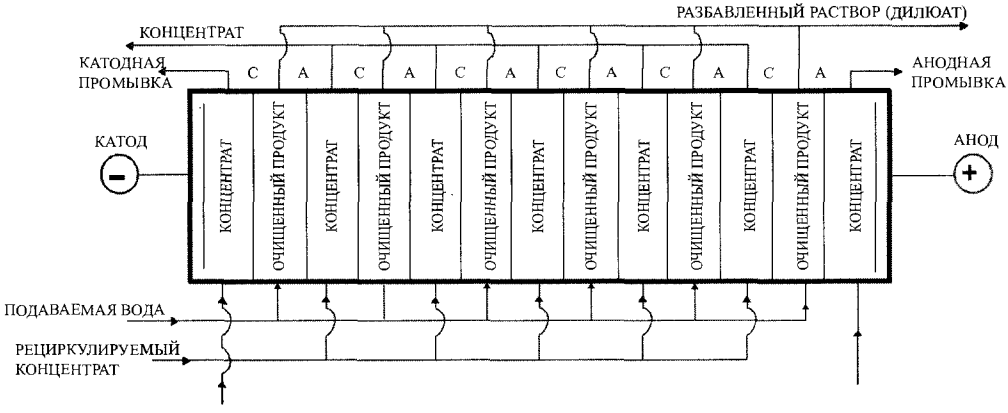


Рис. 10.13. Электродиализный процесс – общая схема

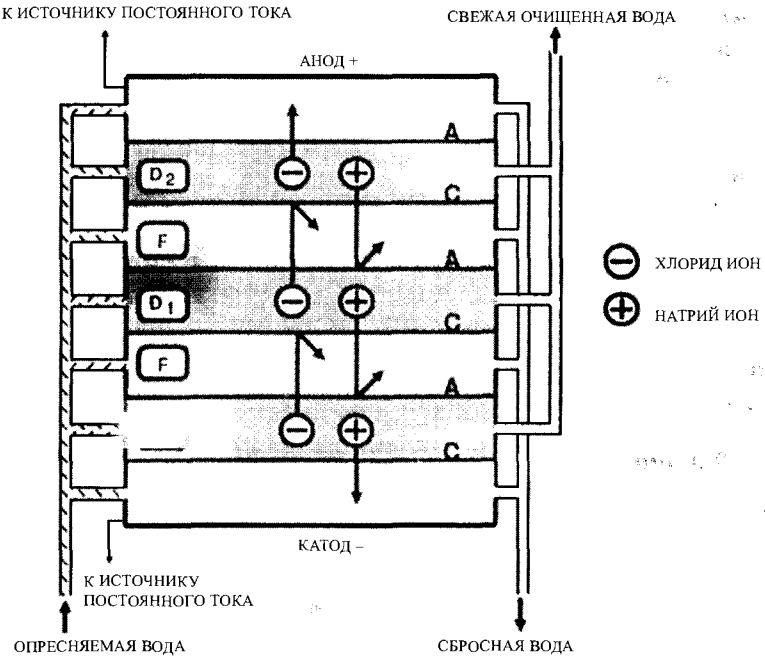


Рис. 10.14. Электродиализный процесс – перенос ионов

из основных производителей электродиализных установок сейчас используют модификацию, известную как «обратимый электродиализ» (ЭДО), которая включает в себя периодическое (примерно через каждые 15 минут) переключение полярности прямого тока. Этот модифицированный режим работы ячеек снижает тенденцию загрязнения мембран пленочными осаждениями шлама. Таким образом, снижается или полностью исключается необходимость в предварительной химической обработке, однако требуются дополнительные клапаны из расчета необходимости переключения каналов с очищенной водой на каналы с содержанием концентрата примесей и наоборот при изменении полярности тока.

Рабочие режимы Степень очистки воды при ее проходе через электродиализные ячейки пропорциональна пропускаемому току, а также числу пар мембран, и обратно пропорциональна скорости потока. Поэтому промышленные электродиализные пакеты содержат сотни мембранных пар (ячеек).

Энергия, требуемая для процесса, в основном определяется «мембранным потенциалом», т. е. напряжением, необходимым для того, чтобы заставить ионы перейти из разбавленного раствора на другую сторону мембраны к концентрату, преодолевая их стремление к *естественному* движению в противоположном направлении. Мембранный потенциал пропорционален величине $\log (C_c C_d)$, где C_c и C_d – солевая концентрация в концентрате и разбавленном растворе соответственно. Непосредственно из этого можно сделать вывод, что чем больше требуемая степень очистки, тем больше требуется затрат потребляемой энергии.

Более того, явление, известное как «концентрационная поляризация» (по некоторым основным свойствами подобная явлению поляризации в системах обратного осмоса, однако имеющая более важные последствия по отношению к ЭД-мембране со стороны разбавленного раствора) увеличивает требуемые затраты энергии. Концентрационная поляризация превалирует, в основном, при опреснении с высокими скоростями очистки, т. е. при высоких плотностях тока.

Другим важным аспектом потребления энергии является падение напряжения на растворе в электродиализной ячейке, что делает более привлекательным снижение уровня концентрации соли (т. е. увеличение сопротивления) в ячейке с разбавленным раствором. Таким образом, производство высокоочищенной воды *только* данным методом было бы совершенно неэкономным, и важным условием при использовании данного процесса будет предварительное снижение TDS до уровня, при котором ионообменный процесс используется более эффективно.

Электродеионизация или непрерывный деионизационный процесс

Этот процесс можно представить как модифицированный электродиализ или как гибридный ЭД/ионообменный процесс. Привлекательным в данном случае является преодоление некоторых существенных недостатков, присущих взятым в отдельности ЭД и ионообменному процессам.

Как утверждалось в предыдущем разделе, базовый ЭД или ЭДО-процесс не очень подходит для производства воды с низким уровнем TDS, как того требуют микроэлектроника и медико-фармацевтическая индустрия. Основной причиной этого является высокое сопротивление воды, которое увеличивает энергопотребление ЭД-процесса. Одним из путей преодоления этой проблемы является заполнение канала с очищаемым продуктом в ЭД-установке смесью, состоящей из гранул катионообменной и анионообменной смол. Основой этого решения является то, что под влиянием приложенного потенциала ионы могут двигаться значительно быстрее через и вокруг ионообменных частиц, чем через воду с низким уровнем TDS, т. е ионообменные гранулы обеспечивают путь с относительно высокой проводимостью для транспорта ионов в канале с разбавленным раствором.

Схема ячейки непрерывной деионизации (CDI – continious deionization) в самой простой концептуальной форме представлена на рис. 10.15. В такой установке концентрат рециркулирует для того, чтобы максимально увеличить одновременно и проводимость, и степень использования воды. Непрерывная деионизация зачастую является прямой альтернативой обычной ионообменной колонне при получении воды с низким уровнем TDS, поскольку подобное оборудование имеет тенденцию занимать меньше места и может дольше работать без частой регенерации смолы, что необходимо для ионообменника. Этот последний аргумент относится к преимуществам, связанным с отсутствием проблем с доставкой и хранением большого количества щелочей и кислот для регенерации, а также необходимостью их дальнейшей утилизации в условиях все более жесткого экологического законодательства. Установки непрерывной деионизации могут также являться привлекательным вариантом для ситуаций, когда имеются колебания TDS исходной воды, что может создать трудности при проектировании и эксплуатации ионообменных колонн. Установки непрерывной деионизации во все большей степени находят применение в фармацевтической и микроэлектронной промышленности. В благоприятных условиях (например, при использовании в сочетании с установками обратного

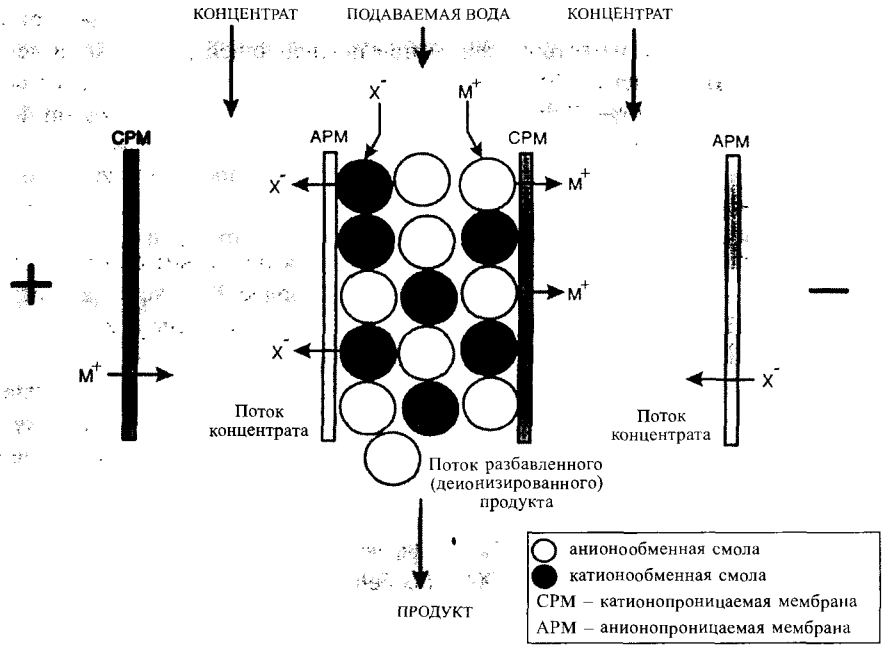


Рис. 10.15. Принципиальная схема установки непрерывной деионизации (непрерывного выпаривания)

осмоса на входе) установки CDI позволяют получать воду с чистотой на уровне 10 МОм×см. В секторе фармацевтики установки CDI успешно заменяют обычный ионный обмен во многих современных проектах. В полной мере это относится и к высокочистым системам в микроэлектронике (в противоположность фармацевтике – в тандеме с ионным обменом), причем даже при неблагоприятном сценарии процесс CDI в состоянии постоянно обеспечивать чистоту воды на уровне 18 МОм×см.

УДАЛЕНИЕ ОРГАНИКИ

Существует несколько путей удаления органики из воды. Наиболее приемлемые из них будут описаны ниже, при этом следует учитывать, что в большинстве систем водоподготовки стратегия по их применению может оказаться неудачной, если использовать только один из этих методов.

Ионный обмен

Удаление органики вполне осуществимо при применении ионного обмена, поскольку многие из органических примесей, присутствующих в воде (в особенности на поверхности воды), существуют в виде больших комплексных ионов, которые могут быть удалены при пропускании через ионообменник. При этом важно правильно выбрать анионообменную смолу. Обычная ионообменная смола, применяемая для деминерализации (описанная ранее), может подвергнуться разрушению за счет существенной необратимой адсорбции органики в порах матрицы смолы. Поэтому для эффективного удаления

органических примесей была разработана специально приготовляемая макропористая («макроячеистая») смола, из которой затем при последующей регенерации легко удаляются органические молекулы. На практике обычно достигается снижение содержания органики на 60% – 70%. Для регенерации применяется горячий (около 40°С) раствор хлорида натрия или гидроксид натрия.

Обратный осмос и нанофильтрация

Ранее отмечалась возможность обеспечения удаления обратным осмосом органики с молекулярной массой около 100 с эффективностью более 90%, хотя на практике достигаемая эффективность зависит от типа мембраны и типа используемого RO-модуля. Действительно, эта дополнительная особенность обратного осмоса (наряду с опреснением) зачастую используется в системах высокочистой воды. Однако обратный осмос следует использовать для удаления следовых количеств органики, поскольку подача исходной воды с высоким уровнем содержания органики может привести к поверхностному пленочному загрязнению RO-мембран с последующим существенным снижением их характеристик после очистки.

Нанофильтрация также может быть эффективным методом удаления органики с молекулярной массой около 200 – 400 и, особенно в последнее время, все в большей степени используется производящими чистую воду фирмами для обработки исходной воды, содержащей высокий уровень гуминовых соединений как продукта разложения растений, придающих природной воде «цветность».

Фильтры на основе активированных углей

Удаление большого количества органических примесей на первичных стадиях очистки воды ионным обменом или обратным осмосом нельзя признать целесообразным с практической точки зрения – ранее уже отмечалась склонность обратноосмотических мембран к загрязнению. Следовательно, для удаления из исходной воды большого количества органики требуется применение других методов. Наиболее часто для этих целей используется слой активированного угля. Для этого емкость (см. рис. 11.3 главы 11) заполняется гранулами угля, подготовленными специальным образом, например, из антрацита, подвергнутого специальной обработке, которая обеспечивает формирование в гранулах угля макро- и микропор. Макропоры являются большими капиллярами с диаметром более 5×10^{-8} м, проходящими через всю частицу, а микропоры, обладающие размерами более 10^{-9} м, в основном являются ответвлениями макропор и составляют бóльшую часть внутренней поверхности активированного угля. Площадь этой поверхности или удельная поверхность может достигать 1000 м^2/г и является необходимой величиной для обеспечения высокой адсорбционной емкости по органике при пропускании исходной воды через слой активированного угля.

Механизм селективной адсорбции органических примесей определяется особенностями взаимодействия органических молекул с поверхностью угля, что в основном связано с исходной неполярной гидрофобной природой активированных углей. Это обусловлено тем, что заряженные ионы и полярные молекулы помимо общей тенденции к ограниченной адсорбции на поверхности активированного угля, какой бы внутренней поверхностью он ни обладал, склонны в высшей степени к связыванию их полярными молекулами воды и удержанию в воде в растворенном состоянии, что в свою очередь

также будет препятствовать их адсорбции на поверхности угля. Кроме этого, молекулы воды также склоны к отталкиванию от поверхности угля.

Активированный уголь может удалять широкий спектр органических компонентов, однако наиболее эффективен для удаления молекул с малым молекулярным весом, поскольку высокомолекулярные молекулы адсорбируются слабее. Хлор также эффективно удаляется активированным углем. В процессе использования уголь теряет свою адсорбционную емкость и в итоге его следует либо заменить новым материалом, либо использовать методы восстановления путем удаления адсорбированных примесей.

Другие методы

Существует ряд других относительно эффективных методов для удаления органики, в том числе путем ее разложения окислением до двуокиси углерода. Данная техника включает как обработку воды УФ-облучением (обычно с длиной волны 185 нм), так и другие подобные методы окисления, например, с использованием озона – как в виде самостоятельной операции, так и в комбинации с УФ-облучением или пероксидом водорода.

В заключение следует подчеркнуть, что электродиализ также обладает определенной способностью удаления заряженных органических молекул.

УДАЛЕНИЕ ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ

Дополнением к основной задаче очистки воды является также и удаление из нее нерастворенных компонентов на каждой стадии обработки для предотвращения загрязнения или физического разрушения оборудования, применяемого для очистки воды (например, установок обратного осмоса). Даже коллоидные вещества, имеющие диаметр 0,005 – 0,2 мкм и находящиеся в промежуточном состоянии между твердыми частицами и растворенными компонентами, необходимо удалять для защиты RO-мембран от быстрого загрязнения.

Фильтрация с использованием песчаного слоя и других гранулированных сред

Эти методы разработаны для удаления относительно больших частиц – примерно в диапазоне размеров 10 – 30 мкм. Использование песка в качестве фильтрующей среды применяется давно, однако процесс значительно улучшается с точки зрения его эффективности, если в соответствующих слоях фильтрующей емкости использовать фильтрующие материалы с различными размерами гранул и размещать наиболее крупные фракции на входе (см. рис. 11.2 главы 11). Такой многослойный фильтр чаще всего содержит кремниевый песок, гранитный песок и антрацит.

В этом случае вся вода проходит через фильтр (так называемый «тупиковый» режим) и имеет место «глубинная фильтрация» – удаление частиц осуществляется в зависимости от их размера по мере уменьшения размера зазоров между гранулами слоя.

Чтобы повысить эффективность фильтрации, в воду следует добавлять коагулянты перед ее пропусканием через песчаный или многослойный фильтры. Для этого часто используется сульфат алюминия, который при соответствующем уровне pH образует небольшие частицы гидроксида алюминия, заряженная поверхность которых «связывает»

коллоидные вещества. Полиэлектролиты, т. е. полимеры, которые содержат ионизированные группы вдоль всей цепочки, также широко используются в качестве коагулянта. Процесс коагуляции обеспечивается отрицательными зарядами, присущими большинству коллоидных веществ, что способствует их связыванию коагулянтами с противоположным зарядом.

Картриджи (патроны) и микрофильтрация

Этот метод применим для удаления частиц малых размеров (как правило, в диапазоне от 40 мкм и примерно до 0,1 мкм) после того как основное количество твердых частиц будет удалено описанными выше методами. Картриджные фильтры, в которых используется заменяемая или очищаемая фильтрующая среда, представляют из себя цилиндрические или трубчатые элементы с диаметром около 70 мм снаружи и 35 мм внутри и длиной от 100 до 1300 мм. Для их изготовления используются разнообразные материалы, включая хлопок, вискозу, стекловолокно, а также ряд синтетических полимеров, при этом в качестве пористой среды для повторно используемых фильтров может быть применена нержавеющая сталь, монель, керамика или фторированные углеводородные полимеры.

Установки микрофильтрации (МФ) представляют из себя мембранные фильтры с размерами пор 0,1 – 10 мкм. Для производства МФ-мембран используется широкий ряд полимеров: ацетат целлюлозы, нитрат целлюлозы, политетрафторэтилен (ПТФЭ), поливинилидендифторид (ПВДФ), поливинилхлорид (ПВХ), полипропилен (ПП), полиэфиры, поликарбонаты, нейлон. Производятся также неорганические МФ-мембраны, в том числе керамика на основе алюминия, которая особенно эффективна для высокотемпературных процессов. МФ-процесс часто работает в «тупиковом» режиме, однако возможно также использование оборудования с тангенциальным потоком, в котором небольшая часть потока не проходит через фильтр и направляется на сброс вместе с накопившимися на поверхности фильтра частицами. Большинство таких МФ-блоков выполнено в виде трубчатых элементов с диаметром около 5 мм и длиной около 1 м, что образует общую площадь фильтрации на уровне 0,05 – 5 м^2. Однако возможны и другие конструкции МФ-модулей, включая применение дисковых мембран и полых волокон. Так, например, в самых последних типах установок полые волокна с внутренним диаметром 0,3 мм собираются в модули, содержащие волокна общей длиной до 20 000 м с подачей воды на внешнюю сторону полого волокна и работающие в «тупиковом» режиме с периодической «промывкой» воздухом.

Ультрафильтрация

В этом методе применяются мембраны, способные удалять нерастворенные дисперсные частицы, включая коллоиды, совместно с бактериями и вирусами размерами до 0,005 мкм. При этом молекулы воды с эффективным диаметром около 0,0002 мкм могут проходить через ультрафильтрационные (УФ) мембраны, также как и ионы, органические вещества с низким молекулярным весом и газы.

УФ-мембраны обладают диаметром пор в диапазоне от 10^{-3} мкм до 10 мкм[1] и могут быть изготовлены как из различных полимеров (включая полиамиды, поликарбонаты,

[1] Мембраны с размером пор более 0,1 мкм называют микрофильтрационными (*Прим. ред.).*

полисульфон, ПВХ, акрилонитрил, ацетат целлюлозы), так и из керамики. УФ-мембраны и модули на их основе во многом схожи с установками обратного осмоса. Например, большинство УФ-мембран являются асимметричными, однако селективный или «активный» слой у них более толстый (около 10 мкм) и более пористый, чем у мембран для обратного осмоса. УФ-мембранные модули выпускаются в виде трубчатых элементов, в дисковой, рулонной и половолоконной форме и работают в тангенциальном режиме. Условия, при которых происходит просачивание воды через УФ-мембрану, зависят не только от размера пор и их извилистости, но и от перепада давления на мембране, которое обычно находится на уровне 2 – 5 атм. Рабочее давление в УФ-модулях существенно ниже, чем для обратного осмоса. Это связано с тем, что существующий перепад давления в УФ-модулях достаточен для продавливания воды через мембрану (так как влияние осмотического давления незначительно), а также потому, что для УФ применяются менее плотные мембраны, обеспечивающие проницаемость для воды на два порядка выше, чем это имеет место при обратном осмосе.

Как ультрафильтрационные, так и микрофильтрационные установки успешно применяются как предфильтры для установок обратного осмоса, а также для финишной тонкой очистки воды от микрочастиц и бактерий.

УДАЛЕНИЕ БАКТЕРИЙ

Некоторые аспекты загрязненности исходной воды бактериями и важность их удаления обсуждаются в главе 11 настоящей книги. Здесь будут рассмотрены наиболее доступные методы стерилизации. При этом прежде всего следует учитывать тот фактор, что используемое для очистки воды большое количество установок, в свою очередь, может служить активной средой для роста бактерий. Это происходит потому, что фильтры, ионообменные смолы и колонки с активированным углем формируют большую высокопористую поверхность, которая идеальна для захвата микроорганизмов, а пропускаемая вода может служить для них источником питания, обеспечивая экспоненциальный уровень роста микроорганизмов.

Химическое обеззараживание

Для уничтожения микроорганизмов применяется ряд химических веществ. Ниже обсуждаются те из них, которые используются в системах для получения высокочистой воды.

Хлорирование Так как хлорирование до сих пор является наиболее распространенным методом для дезинфекции исходной муниципальной воды, то вполне вероятно, что исходная вода, поступающая на очистку, будет всегда содержать небольшие количества остатков хлора. Так же возможно, что вода, поступающая на предприятие, может быть дополнительно подвергнута хлорированию (или в нее может быть добавлено относительно небольшое количество таких окислителей как бром или иод). Хлор может добавляться в воду как в газообразной форме из баллонов, так и в виде водного раствора гипохлорита натрия, что в конечном счете химически идентично введению хлора в воду.

Фактически при прохождении воды через установку для получения чистой воды происходит ее дехлорирование. Это имеет место на стадии прохода через активированный уголь, который используется для удаления органики и при этом одновременно адсорбирует хлор. Кроме того, дехлорирование может проводиться специально для

защиты оборудования (например, установок обратного осмоса с полиамидными мембранами) от разрушающего действия хлора – в данном случае финишное дехлорирование может быть осуществлено путем введения небольшого количества соответствующего химического вещества, например, бисульфита натрия.

Озон Это другой эффективный биоцид (и сильный окислитель). Преимуществом его использования в системах получения высокочистой воды является то, что полностью исключается необходимость добавления в систему химикатов, так как озон сам разлагается до активного кислорода. Однако, поскольку этот процесс происходит быстро (в течении минут, а не часов), озон не может быть использован для создания длительного дезинфецирующего эффекта. Озон убивает бактерии в течении секунд (заметно быстрее, чем это делает хлор) и может быть эффективен против вирусов и патогенных микроорганизмов. Озон генерируется в коронном разряде, т. е. при создании высоковольтного разряда в диэлектрике, через который проходит поток воздуха или кислорода. Необходимая для дезинфекции концентрация озона должна быть на уровне 0,1 – 0,3 ppm. Как отмечалось ранее, озон также в состоянии разлагать органику, однако для этого может понадобиться более высокая его концентрация (в зависимости от степени загрязненности воды органическими примесями). Для удаления органики озон может быть использован в комбинации с ультрафиолетовым облучением средней интенсивности. Если это считается необходимым, то после обработки воды озоном остаточные количества озона могут быть удалены при помощи ультрафиолетового излучения высокой интенсивности, которое превращает озон в кислород.

Пероксид водорода В большинстве случаев именно это соединение – пероксид водорода H_2O_2 – широко используется для периодической санитарной обработки оборудования на многих производствах.

Ультрафиолетовое (УФ) облучение

Это наиболее часто применяемый метод для финишной стерилизации на конечной стадии получения чистой воды. УФ-излучение является частью спектра электромагнитного излучения, соответствующей области длин волн от 100 до 400 нм, т. е. расположенной сразу же за видимым диапазоном с коротковолновой стороны. Этот метод характеризуется тем, что не требует использования химикатов, что в свою очередь позволяет избежать операций с ними и необходимости их хранения. При этом оборудование для реализации метода отличается простотой, компактностью и малым потреблением энергии, а также малым временем воздействия, необходимым для уничтожения бактерий, что обеспечивает экономию рабочего пространства и эксплуатационных затрат. С другой стороны, данный метод не обеспечивает «запаса» энергии для последующей дезинфекции, что делает воду уязвимой к загрязнению после УФ-стерилизаторов. Кроме того, присутствие любых взвешенных в воде загрязнений может привести к блокировке излучения при пропускании воды через стерилизатор; однако на финишной стадии получения высокочистой воды обычно это не является существенной проблемой. Следует принять во внимание, что бактерии обычно превращаются в пирогены, для удаления которых может потребоваться дополнительная стадия соответствующей тонкой фильтрации (по возможности, ультрафильтрации).

Эффективность стерилизации УФ-излучением зависит от длины волны. Наиболее эффективно излучение с длиной волны 260 нм, которое является летальным для бактерий, вирусов и ряда других микроорганизмов. Поэтому в целях дезинфекции широко используются ртутные лампы с пониженным давлением, потребляющие примерно 65 Ватт энергии и обеспечивающие сильное, в основном монохроматическое излучение с длиной волны 254 нм. Ртутные лампы с более высоким давлением отличаются более широким спектром излучения и повышенной выходной мощностью и также достаточно эффективны. Оборудование для генерации ультрафиолетового излучения (см. также главу 11) обычно состоит из ламп, использующих кварцевое стекло, обладающее высокой пропускающей способностью для УФ-излучения.

Нагревание

Этот хорошо известный метод дезинфекции является традиционным методом, широко применяемым в фармацевтической промышленности и рассматривается как важный аргумент для сохранения в этой промышленности дистилляции для удаления ионных примесей, поскольку дистилляция автоматически является также и процессом санитарной обработки. На некоторых микроэлектронных и фармацевтических предприятиях линии с высокочистой водой обеспечиваются подогревом для дополнительного контроля за бактериальными загрязнениями. Так, например, вода для инъекций зачастую непрерывно циркулирует между баком хранения и точкой использования при температуре 80°С и выше и, если для деминерализации не применялась дистилляция, то необходимость нагрева приведет к включению в схему теплообменника. Наконец, пар является вполне приемлемым методом для периодической санитарной обработки оборудования в фармацевтической промышленности.

Мембраны

Из рис. 10.9 можно видеть, что мембранная фильтрация потенциально может быть использована также и для целей дезинфекции. Действительно, мембранные фильтры с порами размером не более 0,2 мкм очень часто используются для удаления бактерий. Обратный осмос, нано- и ультрафильтрация также обеспечивают высокую степень дезинфекции. Ультрафильтрация в данном случае будет наименее эффективна. Нанофильтрация является высокоэффективным методом по удалению бактерий и вирусов, однако ее нельзя считать столь же эффективной в отношении пирогенов. Обратный осмос, обладающий наиболее плотной структурой мембраны, является наиболее эффективным дезинфекционным методом из этих трех перечисленных мембранных процессов, однако даже его возможности, для данной задачи близкие к абсолютным, не являются универсальными. Более того, по причинам, рассмотренным ранее, исходная вода с высоким содержанием биологических примесей может послужить причиной снижения характеристик установки обратного осмоса. В микроэлектронном производстве вода, поступающая из установок обратного осмоса, обычно подвергается дальнейшей обработке (например, пропускается через ионообменники и фильтры тонкой очистки), где возможен дальнейший рост бактерий, поэтому финишная дезинфекция, например, с помощью УФ-стерилизации, является совершенно необходимым процессом. В фармацевтическом секторе правила по дезинфекции в различных странах сильно отличаются друг от друга. Японская Фармакопея одобрила к применению и ультрафильтрацию, и обратный

осмос для производства воды для инъекций. Фармакопея США одобрила для этих целей только обратный осмос и не допускает применения ультрафильтрации. В Европе в настоящее время мембранные процессы для дезинфекции воды для инъекций не применяются, однако этот вопрос является предметом дискуссий, что может привести к изменению правил Европейской Фармакопеи в ближайшем будущем.

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Предметом настоящей главы являлась оценка целого ряда технологий удаления различных типов примесей из исходной воды. Это важно из-за разной практики, принятой на вооружение различными потребителями высокочистой воды. Все эти различия обусловлены не столько разными требованиями к финишному качеству воды, сколько заметно отличающимися исходными параметрами воды, подаваемой на очистку. Другой существенной трудностью является то, что практически никогда не удается обеспечить эффективное удаление одного типа примесей посредством только одной технологической операции. Так, например, для удаления растворенных ионов требуется «предварительная» деминерализация (для этого можно использовать дистилляцию, обратный осмос и электродеионизацию) с последующей стадией «доводки» (которая включает в себя ионный обмен). Подобно этому, как и обсуждалось выше, растворенную органику, взвешенные в воде твердые частицы и микроорганизмы также можно удалять с применением нескольких стадий и различных процессов. Таким образом, тщательное изучение любой отдельно взятой системы подготовки высокочистой воды, как бы правильно она не была выбрана, не выявит всей полноты картины, так как обычно при спецификации или при разработке системы водоподготовки всегда имеется несколько вариантов, и только знание широкого ряда потенциальных возможностей доступных технологий может явиться предпосылкой для принятия осознанного решения по разработке всей системы подготовки высокочистой воды.

11

Проектирование систем сверхчистой воды для использования в производстве интегральных схем

Р. ГЭЛБРЕЙТ (R. GALBRAITH)

ВВЕДЕНИЕ

Сверхчистая вода применяется в полупроводниковой промышленности главным образом для удаления загрязнений с поверхности обрабатываемых пластин. Она используется на различных этапах очистки, следующих за такими процессами, как, например, травление. Это этап процесса, в течение которого пластина погружена на заданное время в концентрированную кислоту, например, смесь серной кислоты и перекиси водорода, фтористоводородную кислоту и т. п. Остаток кислоты на поверхности пластины должен быть быстро удален для предотвращения излишнего травления, а используемый для этой цели химический реактив не должен вносить загрязнения на поверхность пластины.

Химическое соединение, обычно используемое для процесса очистки – это сверхчистая вода, выбранная потому, что она легко доступна в природе, относительно дешева, может быть очищена до степени, когда почти не содержит примесей и является превосходным растворителем почти для всех химических реактивов, используемых при обработке пластин. Однако свойство сверхчистой воды быть превосходным растворителем превращает в трудную задачу поддержание ее в чистом состоянии из-за сродства воды с большинством загрязнителей, существующих в атмосфере, в резервуарах, сосудах и трубопроводах.

ВЛИЯНИЕ ЗАГРЯЗНЕННОЙ ВОДЫ

Полезно рассмотреть возможные последствия от попадания загрязненной воды на производственную линию. В отличие от других химических реактивов сверхчистая вода применяется на линии обработки пластин практически всюду и ее доля в общем объеме используемых химикатов составляет более 99,5%.

Загрязнения, которые следует принять во внимание, могут быть сгруппированы в 5 основных категорий:

- Ионные
- Неионные
- Органические
- Бактерии (микроорганизмы)
- Растворенные газы.

Ионные загрязнения

Ионные примеси составляют самую большую долю от общего объема всех загрязнений, которые должны быть удалены из исходной воды. Тип примеси и ее концентрация зависят от используемого местного источника воды, однако наиболее часто присутствующие примеси, такие как ионы кальция, натрия, калия, магния, хлориды, сульфаты, карбонаты и бикарбонаты будут почти наверняка преобладать. Основные методы удаления ионных примесей – это обратный осмос и ионный обмен, и только экономические соображения определяют границы применимости каждого из этих методов. Другими источниками ионных загрязнений являются насосы и система трубопроводов, химические реактивы, используемые для регенерации, а также те, которые дозированно вводятся в процесс.

Эти загрязнения при их присутствии в воде отрицательно влияют на свойства полупроводников и будут почти наверняка приводить к отказам готовых изделий. Удалению ионных примесей из воды в процессе ее очистки всегда уделяли много внимания – частично из-за того, что эти методы хорошо разработаны, и частично потому, что средства мониторинга эффективности очистки легко доступны, в том числе и экономически. Единицей измерения содержания ионных примесей является электросопротивление – величина, обратная проводимости; она более удобна для использования при таких низких уровнях загрязнений. Электросопротивление измеряется в МОм×см при температуре 25°C (это важно, т. к. электросопротивление зависит от температуры). На рис. 11.1 показано соотношение между электросопротивлением и концентрацией в ppm ионных примесей хлорида натрия.

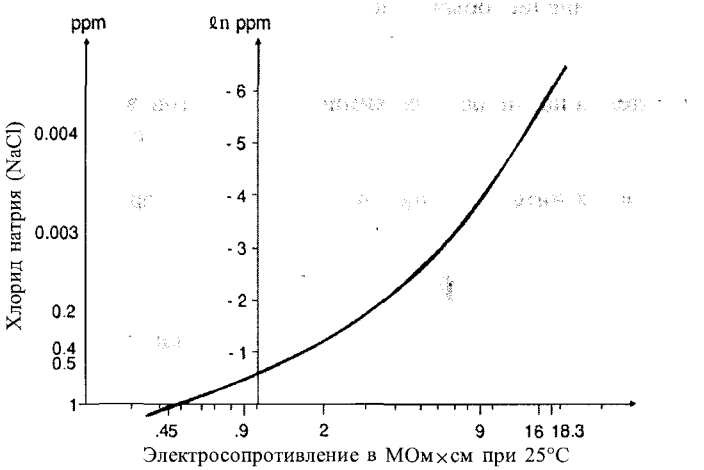


Рис. 11.1. Зависимость электросопротивления сверхчистой воды от концентрации примеси в ppm (NaCl или эквивалент)

Теоретический предел электросопротивления не равен бесконечности, так как молекула воды слабополярна; в действительности его значение составляет 18,27 МОм×см при 25°С. Современные установки производят сверхчистую воду с электросопротивлением, превышающим 18 МОм×см, что эквивалентно концентрации NaCl менее 0,04 ppm. Существует также ряд ионов, которые являются слабыми; их наличие также будет влиять на выбор конкретной технологии и установки очистки воды.

Неионные загрязнения

Эта группа соединений представляет собой загрязнения, которые либо действительно неионные (т. е. образованы из ковалентно связанных веществ) или настолько слабо ионизированы, что их трудно удалить из воды с использованием стандартных ионообменных смол. Они также могут находиться в форме частиц из нерастворимых веществ, которые содержатся в исходной воде или генерируются в установке в процессе очистки воды, например, мелкие фракции ионообменных смол.

Эти загрязнения могут вызвать снижение выхода годной продукции из-за вызванных ими повреждений между последовательными слоями на кремниевой пластине или «коротких замыканий». Содержание неионных загрязнений выражают в количестве частиц с размером, превышающим заданный, в литре воды. Допустимый размер частиц зависит от геометрии изделия (размеров его элементов) и обычно не должен превышать 0,1 мкм.

Органические загрязнения

Количество органических соединений, имеющихся в исходной воде, зависит от того, поступает вода из источника с жесткой водой или из поверхностного водоема. Жесткая вода обычно прозрачна, причем общее солесодержание таких вод, как правило, выше 500 ppm. С другой стороны, в поверхностных водоемах обычно образуется «мягкая вода» с общим солесодержанием, не превышающим 100 ppm, но, как правило, сильно загрязненная органическими соединениями, попадающими в воду из почвы.

Органические соединения в мягкой воде имеют сложную форму и состоят из гуминовой, фулвиевой и других органических кислот, появляющихся главным образом вследствие гниения растительности. Органические загрязнения могут быть трудноудалимы, их тип и концентрация могут существенно варьироваться в зависимости от времени года. Загрязнения такого типа могут привести к снижению выхода годной продукции из-за образования пятен и коррозии на поверхности пластин или из-за их превращения в органические примеси меньшей молекулярной массы в процессе обработки (очистки) воды. Органические загрязнения могут быть причиной снижения эффективности ионообменных смол («выработка» смол) и мембранных фильтров (закупоривание пор, воздействие на селективный слой) и, таким образом, снизить способность удаления других загрязнений на этих этапах. В тех случаях, когда действие органических загрязнений на смолы, мембраны и прочее необратимо, установки обычно останавливают для замены фильтрующих сред.

Содержание органических загрязнений в сверхчистой воде должно быть менее 10 ppb, а предпочтительнее менее 5 ppb. Непрерывный инструментальный on-line контроль за содержанием органических загрязнений на всех стадиях водоподготовки очень важен для обеспечения раннего выявления проблем и для гарантии соблюдения технических требований к чистоте воды. Содержание органики, выражаемое в единицах

концентрации общего органического углерода, может быть измерено путем его превращения в диоксид углерода с помощью УФ-излучения, химических реактивов или сочетанием того и другого.

Бактерии

Бактерии вездесущи, они способны существовать как в аэробных (при наличии кислорода) так и в анаэробных (в отсутствии кислорода) средах, выживать в предельно неблагоприятных условиях и производить устойчивое «потомство». В системах сверхчистой воды они обычно грамотрицательного типа, при этом эффективные размеры частиц могут быть меньше микрона. Компоненты, используемые для очистки воды, такие, например, как ионообменные смолы, являются идеальной средой для размножения бактерий. Однажды обосновавшиеся бактерии трудно удалить, и они сами, подобно обычным химическим веществам, могут стать причиной загрязнения и необратимых повреждений насадки.

Бактерии могут загрязнять полупроводники подобно обычным (неживым) частицам, либо оставляя после своего разрушения на поверхности пластины многочисленные ионные примеси и пирогены.

Растворенные газы

Наиболее часто встречающиеся растворенные в воде газы – это кислород и диоксид углерода, что зависит от источника воды, ее pH и температуры. Растворенный кислород может быть причиной усиленного окисления поверхности пластин и, если его не удалить, будет определять изменчивость качества воды после финишной очистки. Растворенный диоксид углерода образует в растворе бикарбонат- и карбонат-ионы, равновесие между которыми определяется величиной pH воды.

Оба газа легко удаляются из воды, а используемые для этого методы будут обсуждаться в этой главе далее. Для достижения приемлемого выхода годных изделий все вышеперечисленные загрязнения должны быть удалены до предельно низких уровней, которые должны тщательно поддерживаться. Допустимый уровень каждого загрязнения постоянно пересматривается (но никогда в сторону увеличения), особенно при уменьшении геометрических размеров полупроводниковых приборов, что, в свою очередь, делает загрязнения все менее терпимыми.

Таблица 11.1 содержит перечень обычных загрязнений и типичные значения уровней загрязнений, подлежащих контролю на современном заводе.

Таблица 11.1. Требования к качеству воды после очистки

Параметр	Требования
Сопротивление при t = 25°C	> 18,0 Мом×см
Общее содержание органического углерода	< 5 ppb
Содержание растворенного диоксида кремния	< 3 ppb
Частицы размером более 0,1 мкм	< 100 частиц/литр
Бактерии	< 5 литр$^{-1}$
Катионы (Na, K, Ca, Mg, NH_4)	< 0,1 ppb (каждого)
Анионы (F, Cl, SO_4, NO_3, Br, PO_4)	< 0,1 ppb (каждого)

ПРОЕКТИРОВАНИЕ УСТАНОВКИ ОЧИСТКИ ВОДЫ

Источники воды

Воды из природных источников, условно, можно отнести к «жестким» (с высоким солесодержанием) или «мягким» (с низким солесодержанием), и каждый тип воды ставит перед проектировщиком установки по производству сверхчистой воды разные задачи. Основные принципы и механизмы очистки одинаковы для обоих типов исходной воды, зато реализация и даже последовательность размещения отдельных процессов (стадий очистки) специфичны для каждого случая.

Двумя основополагающими составляющими информации, изначально влияющими на выбор технологии проектировщиком, являются:

1. *Качество исходной воды.* Очень важно собрать как можно больше информации об источнике исходной воды. Эта информация может быть получена у местных органов, ведающих вопросами воды, или от других крупных потребителей воды на той же площадке и должна охватывать не только сезонные измерения, но также и частоту появления аномалий. Неподалеку, в той же местности, может находиться подобная установка, детальный анализ проблем эксплуатации которой в течение многих лет можно учесть при проектировании.
2. *Качество конечного продукта.* Необходимо оценить, какого качества должна быть вода у поверхности пластины, чтобы удовлетворить требованиям сегодняшнего дня и определить, способна ли установка адаптироваться и обеспечить будущие требования промышленного производства.

Следующий фактор, который будет влиять на проектировщика – это капитальные и эксплуатационные затраты на установку. При нынешней стоимости сооружения завода по обработке пластин около 1 млрд. долларов США затрачиваемые средства находятся под строгим контролем, и установка по производству воды будет конкурировать в финансировании с другими сооружениями и технологическим оборудованием. Эксплуатационные расходы напрямую влияют на стоимость производства и должны быть минимизированы, чтобы изготовитель был конкурентноспособен по стоимости. Ниже приводится обзор наиболее известных технологий, применяемых в полупроводниковой промышленности.

Предварительная обработка воды

Термин «предварительная обработка» подразумевает, что это этап предназначен для чего-то, что последует позже, и в большинстве установок предварительная обработка воды предшествует очистке воды ионообменными и мембранами методами. Однако важность предварительной обработки не должна быть недооценена, так как ее успех или неудача будет сильно влиять на результат работы всей установки. Существует большой выбор процессов и вариантов предварительной обработки воды. Сюда входят фильтрация, флоккуляция, дехлорирование (удаление хлора), удаление органики, умягчение, дегазация, дезинфекция и регулирование температуры.

Насыпные фильтры

Типичный насыпной[1] фильтр, показанный на рис. 11.2, представляет собой стальной сосуд, футерованный резиной. Поток обрабатываемой воды направлен сверху вниз сквозь насадку, состоящую из разных сред (материалов) – от антрацита крупной фракции сверху до слоя мелкого песка на дне. Этот «грубый» глубинный фильтр предназначен для удаления из поступающей воды механических частиц, однако он неэффективен для частиц размером менее 5 мкм. Он может также служить для удаления осадков (дисперсных частиц), являющихся продуктами реакций, проходящих вследствие введения химических реактивов на этапах обработки до насыпного фильтра.

Для удаления любых накопившихся веществ-загрязнителей фильтр обычно промывается обратным потоком и псевдоожижением насадки. Частота промывки зависит от

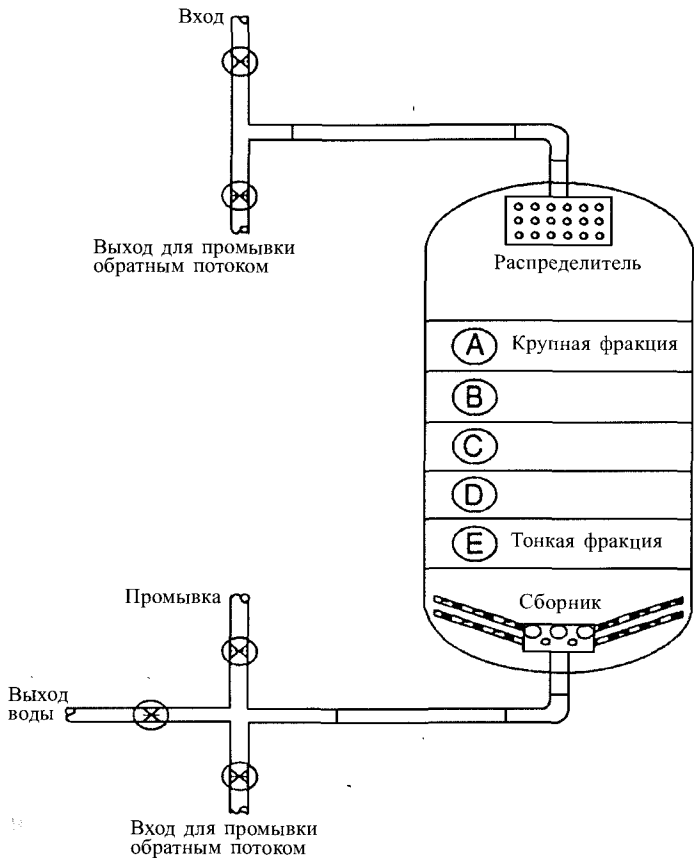


Рис. 11.2. Насыпной фильтр

[1] В англоязычной технической литературе применяется термин *multi-media filter*, т. е. фильтр с несколькими средами. (*Прим. ред.*).

объемов загрузки или от величины допустимого гидравлического сопротивления насадки (промывка проводится, когда перепад давления на фильтре достигает заданной величины). Периодическая химическая очистка фильтра от загрязнений также может быть необходима, если обратный поток воды не способен удалить все задержанные вещества путем «взмучивания» насадки (псевдоожижения). Обычный цикл (процесс) очистки может включать различные варианты, в том числе очистку воздухом, помогающую удалять частицы из насадки, особенно если флоккуляция предшествует обработке воды на данном этапе.

Фильтр с активированным углем

Как видно из рис. 11.3, этот фильтр похож на предыдущий, однако в качестве насадки в нем применяется активированный уголь. Он необходим главным образом для удаления хлора, который разрушает тонкие селективные («активные») слои мембран, обычно используемых в обратноосмотических системах. Активированный уголь также способен удалять органические молекулы с низкой молекулярной массой, которые могут попасть

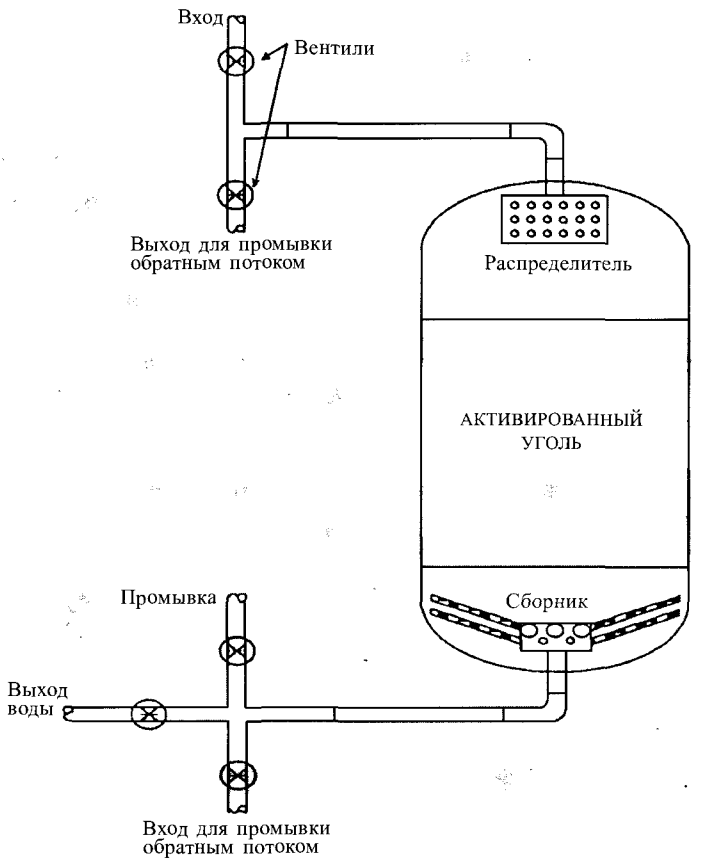


Рис. 11.3. Фильтр с активированным углем

на последующие стадии очистки воды. Органические молекулы, извлеченные из обрабатываемого потока воды, не могут быть удалены обратным потоком, так как они «захвачены» и «удерживаются» в порах угольных гранул. Эффективность очистки, в конечном счете, уменьшается до уровня, при котором обычно в фильтре уголь заменяют полностью. Удаляемый уголь может при некоторых условиях быть возвращен изготовителю для регенерации, однако обычно это экономически нецелесообразно.

Ловушка для органики

Показанная на рис. 11.4 установка состоит из футерованного резиной сосуда, но дополнительно к обычному распределительному устройству и сборнику-коллектору имеется система инжекции для ввода регенерирующих химических реактивов (обычно рассола). Капитальные и эксплуатационные затраты для этой установки выше, так как она содержит ионообменные смолы, применяемые из-за их способности улавливать большие органические молекулы. Используемые смолы должны также быть способны выделять органику в течение цикла регенерации, в противном случае они будут безвоз-

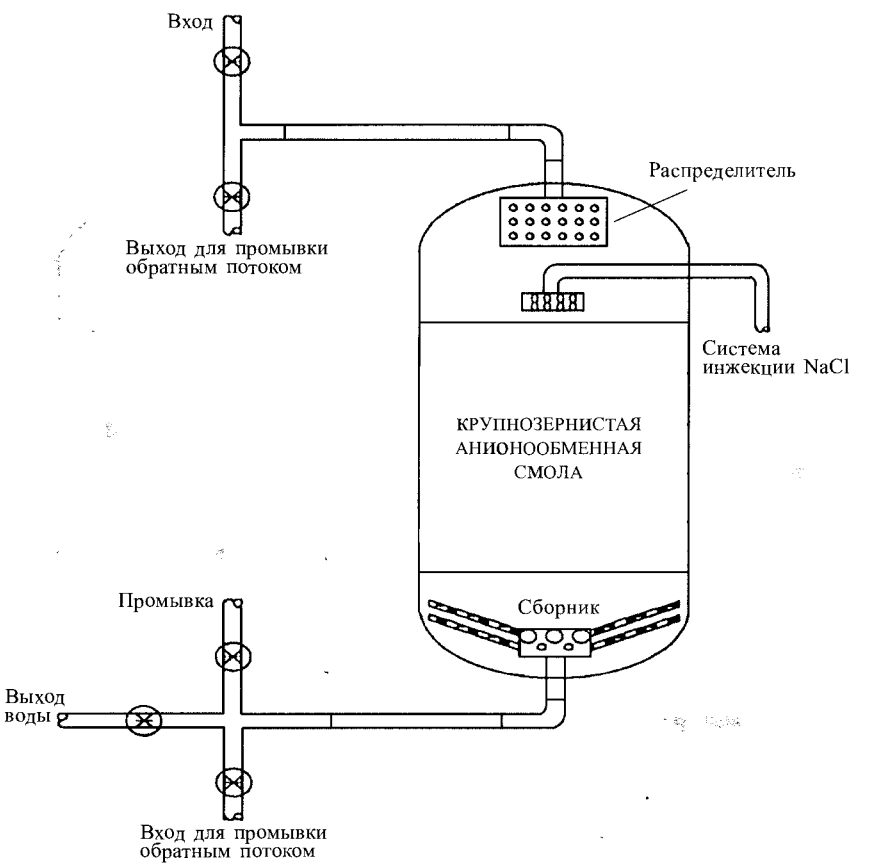


Рис. 11.4. Ловушка для органики

вратно загрязнены («отравлены»). На практике эффективность специальных смол-улавливателей органики составляет обычно 60 ÷ 70% и при надлежащей эксплуатации их свойства могут поддерживаться годами.

В некоторых случаях в эту же установку может загружаться смола-умягчитель для удаления ионов Ca и Mg, которые при выпадении в осадок отрицательно влияют на процесс обратного осмоса (вплоть до полной его остановки).

Обработка химическими реактивами

Необходимость добавки химикатов в обрабатываемую воду зависит от многих факторов и в некоторых случаях может отсутствовать вообще. Среди главных причин, вызывающих необходимость дозированного использования реагентов, следующие:

1. Осаждение (преципитация) и коагуляция загрязнений, которые могут создать проблемы на последующих ступенях очистки.
2. Контроль за содержанием бактерий путем дезинфекции хлором или озоном.
3. Предотвращение образования осадков (накипи) в системах обратного осмоса.
4. Регулирование pH.
5. Удаление хлора.

Добавление химических реактивов должно тщательно контролироваться, иначе их введение может создать проблемы на последующих ступенях очистки.

Фильтрация

На заключительной стадии подготовки воды, которая обычно производится до систем обратного осмоса, используют патронные фильтры одноразового применения. Это делается для предотвращения физического повреждения поверхности селективного слоя мембран частицами, приносимыми из сред (насадок, засыпок), используемых в установках предварительной обработки. Фильтр с размером пор около 1 мкм может обеспечить достаточную защиту мембраны без существенного увеличения стоимости эксплуатации. Стоит отметить также, что в процессе предварительной подготовки может осуществляться регулирование температуры воды. Температура воды из различных источников изменяется в зависимости от времени года, что влияет на эффективность некоторых процессов предварительной обработки и значительно влияет на производительность обратноосмотических мембран (установок). Даже если сезонные колебания температуры воды могут быть допустимы для успешной работы установки водоподготовки, потребитель может требовать постоянства температуры подаваемой воды, чтобы обеспечить строгое управление технологическими параметрами процессов производства полупроводников. Затраты на поддержание постоянной температуры воды зависят от затрат энергии на нагревание или охлаждение, но для первого варианта может оказаться возможным использовать отходящее (сбросное) тепло для достижения требуемой температуры, что исключает необходимость больших затрат на топливо.

Обратный осмос

Подробно теория обратного осмоса (ОО) рассматривается в главе 10 этой книги. Однако стоит коротко упомянуть несколько основных принципов и терминологию:

- *Осмотическое давление.* Оно является функцией концентрации растворенного вещества (другими словами, чем грязнее становится вода, тем выше осмотическое давление).
- *Удельная производительность.* Соответствует скорости, с которой вода проходит сквозь мембрану и является функцией разности давления, создаваемого насосом установки, и осмотического давления. Следовательно, по мере того как вода становится «грязнее», либо скорость переноса воды через мембрану (т. е. удельная производительность) снижается (при постоянном напоре потока), либо перепад давления (т. е. напор насоса) должен быть увеличен; при этом увеличиваются затраты на энергию для поддержания той же удельной производительности.
- *Фактическое осмотическое давление.* На характеристики мембраны влияет осмотическое давление, прилагаемое непосредственно к ее поверхности. Если не предпринимать специальные меры, это давление может стать гораздо бóльшим, чем осмотическое давление в основном потоке (напорном канале), так как при переносе через мембрану воды концентрация примесей в напорном канале увеличивается. Это значит, что без эффективного перемешивания между пограничным слоем и основным объемом жидкости может образоваться большая разность концентраций – так называемая поляризационная концентрация.

Вывод, который нужно сделать из вышеприведенных трех пунктов заключается в том, что у поверхности мембраны (в напорном канале) число Рейнольдса всегда должно быть бóльшим, т. е. в напорном канале необходимо поддерживать высокую скорость жидкости.

- *Проскок загрязнений.* Обратноосмотическая (ОО) мембрана не является абсолютным фильтром и почти всегда какая-то часть загрязнений (солей) проходит в пермеат. Это отчасти объясняет, почему ОО-установка эксплуатируется при давлении гораздо выше осмотического давления – это помогает оптимизировать качество очистки воды. С другой стороны, чем выше скорость потока, тем меньше требуемая площадь мембраны в установке и, следовательно, затраты на получение требуемой производительности по очищенной воде.
- *Материалы мембран.* В зависимости от химической природы и структуры все обратноосмотические мембраны можно выделить в три основные группы: ацетатцеллюлозные, полиамидные и тонкопленочные композитные. Выбор оптимального типа мембраны зависит от качества исходной воды на входе ОО-системы; также следует учитывать воздействие на мембрану всех используемых химических реактивов. Каждый тип мембраны имеет свои преимущества и недостатки, и в различных установках предпринимаются попытки оптимизировать параметры системы, используя разные типы мембран на первой и последующих ступенях.
- *Конфигурация (вид) мембран.* Для обратноосмотического опреснения используются два основных типа мембран. Первый – полые волокна, их обычно изготавливают из полиамида. Волокна похожи на человеческие волосы, и миллионы их скреплены вместе в одно устройство – модуль, имеющий большую плотность упаковки – отношение поверхности мембраны к объему модуля. Поэтому могут быть созданы достаточно компактные установки, впрочем, их основной недостаток – это относительно невысокие значения межволоконного пространства в модуле. Одно из ограничений, которое производитель мембран устанавливает потребителям – это максимальное значение индекса заиливания. От величины этого показателя зави-

сит, как быстро исходная вода закупорит фильтр с размером пор 0,45 мкм а, следовательно, и рабочие характеристики мембраны. Если в источнике воды высоко содержание органики, то капитальные и эксплуатационные затраты на предварительную обработку воды недопустимо высоки, и системы с полыми волокнами используются редко. Они, однако, обычно подходят для очистки морской или очень жесткой воды.

Вторая и более предпочтительная конфигурация (вид) мембраны – это так называемые рулонные элементы, в которых материал мембраны и подложки представляют собой свернутый в рулон «сэндвич» (см. главу 10). По сравнению с полыми волокнами такое устройство – модуль имеет гораздо меньшую плотность упаковки мембраны, а наиболее часто используемыми материалами в них являются тонкопленочные композиты и ацетат целлюлозы. Оба вида мембран и мембранных модулей описаны в главе 10.

Обратноосмотические установки концентрируют имеющиеся в исходной воде примеси в обратном потоке воды, называемом концентратом, пропуская очищенную воду через мембрану как продукт – пермеат. Принципиальная схема установки обратного осмоса (показанная на рис. 11.5) представляет собой двухступенчатую ОО-очистку с соотношением числа модулей на первой и второй ступенях как 2:1 и является типичной при использовании в установках на основе рулонных модулей, т. е. сбросной поток (концентрат) первого и второго модулей направляется в качестве исходной воды для опреснения во второй ступени. Каждый из модулей в приведенном примере состоит из шести соединенных между собой ОО-элементов, однако существуют и другие варианты сборки модулей и способов организации потоков в установках обратного осмоса, которые могут быть использованы.

В отличие от установок предварительной обработки (и тех, которые находятся после ОО), которые выделяют сбросные воды только во время цикла регенерации, ОО-системы производят непрерывный сбросной поток – концентрат. Эксплуатационные затраты системы ОО зависят от соотношения между двумя основными показателями оптимизации:

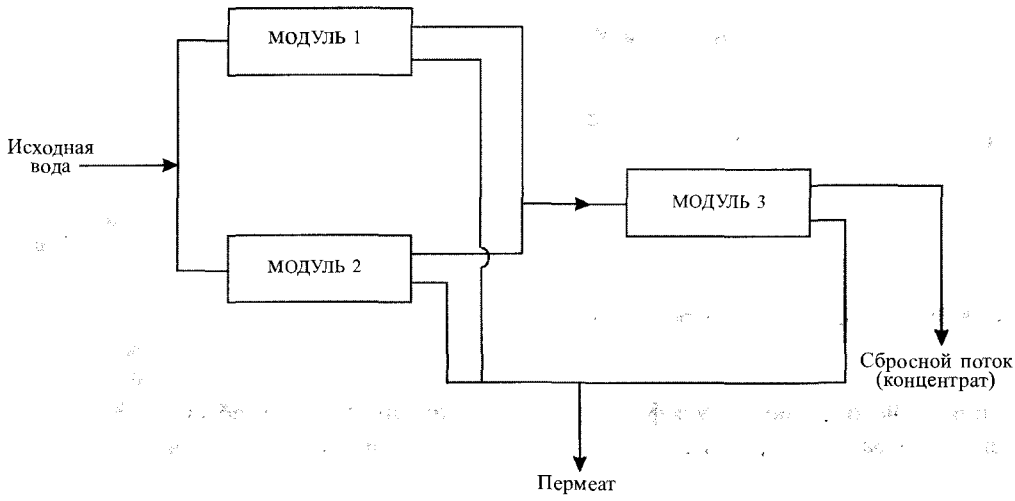


Рис. 11.5. Установка обратного осмоса (конфигурация 2:1)

1. Уменьшение потока концентрата (сброса) и, соответственно, увеличение потока очищенной воды (пермеата) до типичных 75–85%. Это снижает затраты на исходную воду, на химические реактивы для исходной воды и на плату за сброс сточных вод.
2. Достижение максимально возможного времени «жизни» мембраны и всей установки. Если степень извлечения пермеата слишком высока или если исходная вода не подготовлена должным образом, установка будет нуждаться в более частых профилактических чистках (регенерации мембраны) и, возможно, в преждевременной замене отдельных мембранных элементов.

Параметры и физические характеристики типичного ОО-элемента для промышленного применения представлены в таблице 11.2.

Продуктовая вода (фильтрат) от ОО-системы перекачивается в накопительную емкость, в которой создается «азотная подушка» для предотвращения роста аэробных бактерий. Емкость-накопитель может быть отдельной или (возможно) составной частью установки для других стадий обработки, таких как дегазация или деаэрация.

Таблица 11.2. Параметры и физические характеристики типичного ОО-элемента

Длина	1015 мм
Диаметр	203 мм
Максимальный перепад давления на элемент	10 psi [1]
Температура эксплуатации	5 ÷ 45°C
Исходная вода: индекс заиливания	< 5
Рабочее давление	около 15 бар
Диапазон pH	4 – 11
Степень извлечения воды на элемент	10%
Поток пермеата	32 м^3/день
Селективность по хлорид-иону	99%

Деаэрация/дегазация

На некоторых установках сразу же за стадией обратного осмоса следует ступень удаления растворенных газов. Это может делаться либо из экономических соображений с целью снижения эксплуатационных затрат на более поздней ступени ионного обмена путем удаления CO_2, либо обусловливается особенностями технологического процесса конечного потребителя, например, требованием низкой концентрации растворенного кислорода.

Удаление CO_2 может быть легко достигнуто регулированием pH и продувкой воздуха снизу вверх при движении воды в насадочной колонне сверху вниз. При этом большое внимание необходимо уделять фильтрационной очистке воздуха, чтобы избежать загрязнения обрабатываемой воды дисперсными частицами или органическими примесями.

[1] 1 psi (pound per square inch – фут на квадратный дюйм) = 6895 Па = 51,72 мм рт. ст. *(Прим. ред.).*

Удаление растворенного кислорода может быть выполнено двумя способами. Наиболее часто для этого используют вакуумную дегазацию, которая удаляет кислород и другие растворенные газы путем снижения их парциального давления. Альтернативой является использование насадочной колонны с конструкцией, подобной применяемой для удаления CO_2, но используя при этом газ, не содержащий кислорода. Этот вариант может быть реализован, если на площадке имеется в изобилии дешевый азот, применение которого в качестве продувочного газа не требует автоматического контроля и регулирования.

В каждом из этих случаев сборник насадочной колонны может выполнять ту же роль, что и емкость-сборник после обратного осмоса. Однако сборники колонн обычно имеют небольшую емкость и поэтому могут использоваться только для промежуточного хранения.

Согласно общепринятым стандартам вода после ОО-систем – это прозрачная и чистая вода, однако по стандартам полупроводниковой промышленности она неприемлема для процессов обработки пластин. Требуемое качество может быть получено только применением методов дальнейшей очистки, главным образом, деминерализацией путем ионного обмена.

Деминерализация

Процесс деминерализации основывается на принципе, что ионообменные смолы имеют разное химическое сродство к ионам, наиболее часто присутствующим в исходной воде. Положительно заряженные ионы, такие как натрий, называют катионами, отрицательно заряженные, такие как хлориды – анионами. Умягчитель воды, который может быть применен на стадии предобработки, функционирует путем обмена «мягких» ионов натрия, удерживаемых смолой, на «жесткие» ионы кальция и магния из потока обрабатываемой воды. Особенность ионообменных смол, используемых на этой стадии обработки воды, заключается в том, что ионы загрязнений (примеси) в исходной воде обмениваются не на другие примеси (ионы), а на ионы чистой воды (т. е. H^+ и OH^-). Несмотря на то, что в настоящее время это достигается в одном аппарате (колонне), содержащей анионообменные и катионообменные смолы, механизм, посредством которого достигается одновременное извлечение и катионов и анионов, легче всего объяснить, рассматривая действие смол раздельно.

Катионообменные смолы (катиониты) Простейший вид катионообменной колонны показан на рис. 11.6. Установка представляет собой футерованный изнутри резиной стальной сосуд, который имеет патрубки для ввода и вывода обрабатываемой воды, воды для промывки и регенерирующего агента, а также сетки для насадки – гранул (шариков) катионообменной смолы. На рынке имеется большой выбор катионообменных смол, причем количество и тип выбираемой смолы зависит от типа и количества катионов, остающихся в обрабатываемом потоке. Механизм ионного обмена основан на нескольких функциональных принципах, а именно:

1. Смолы имеют бóльшее сродство к многовалентным, чем к одновалентным ионам, например, гранула катионообменной смолы предпочтет двухзарядный ион кальция однозарядному иону натрия.
2. При равенстве величины заряда у двух ионов смола имеет бóльшее сродство к иону с бóльшей молекулярной массой, например, катионообменная смола предпочтет ион натрия иону водорода.

3. Обменный процесс обратим, и состояние установившегося на основе первых двух правил равновесия может быть нарушено изменением концентрации раствора.

Направление потока в рабочем режиме обработки – движение сверху вниз через насадочную колонну. Катионообменная смола высвобождает ионы водорода, фиксированные на ее поверхности, в обмен на другие ионы:

$$R - H^+ + Na^+ = R - Na^+ + H^+$$

$$2(R - H^+) + Mg^{2+} = 2R - Mg^{2+} + 2H^+$$

Смола будет также выделять ионы натрия, захваченные ранее, предпочитая им ион магния:

$$2(R - Na^+) + Mg^{2+} = 2R - Mg^{2+} + 2Na^+$$

Рабочий цикл, следовательно, состоит из большого числа равновесных реакций, которые происходят по всей высоте насадки катионита, в результате чего богатый многовалентными ионами слой образовывается в верхней части насадки катионообменной смолы, и со временем этот слой распространяется вглубь, вытесняя более легкие ионы в поток. Катионообменная емкость смолы сходит на нет (или исчерпывается) тогда, когда ионы натрия не могут обменяться с ионом водорода (все возможные обмены уже произошли), что приводит к «проскоку» иона натрия – он смолой уже не задерживается.

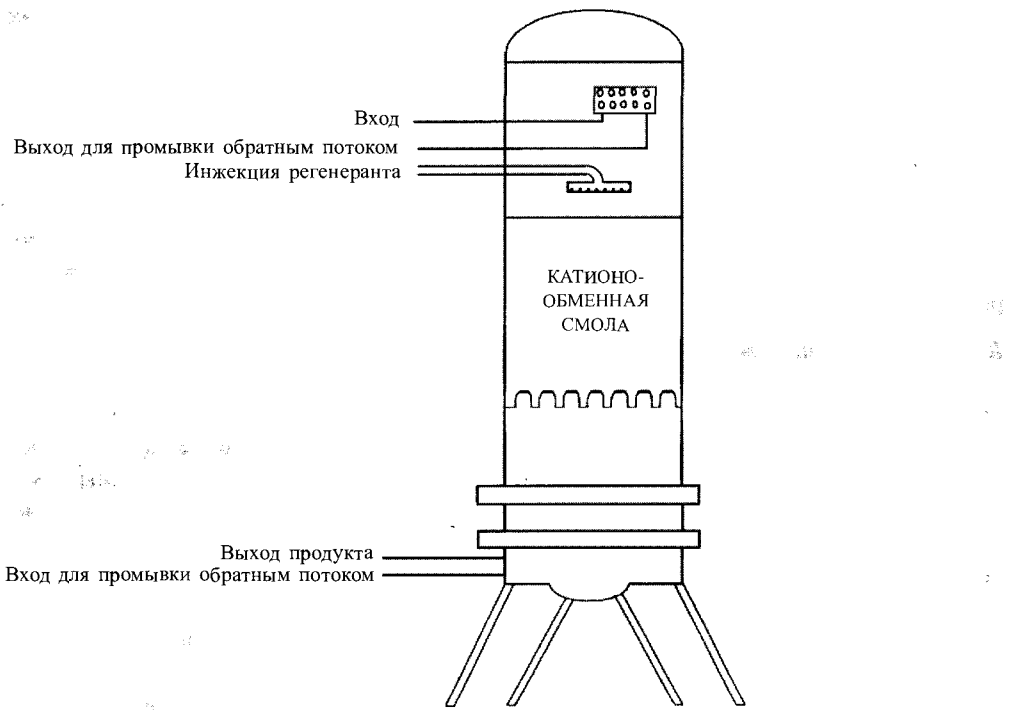


Рис. 11.6. Катионообменная установка (колонна)

По достижении этого состояния катионообменная колонна выводится из работы и смола подвергается регенерации, как правило, хлористоводородной кислотой. Ионы загрязнений выводятся из смолы благодаря концентрационному эффекту, вызванному вводом в систему раствора, содержащего достаточное количество ионов водорода для форсирования обратных реакций:

$$R-Na^{+}+избытокH^{+} \Rightarrow R-H^{+}+Na^{+}+избытокH^{+}$$

Анионообменные смолы (аниониты) Анионообменная колонна похожа по конструкции на катионообменную (рис. 11.7), вслед за которой она и устанавливается. Анионообменная смола подчиняется тем же общим правилам, что и катионообменная, за исключением того, что ионы загрязнений обмениваются на гидроксильные ионы, которые присоединены к смоле:

$$R-OH^{-}+Cl^{-} \Rightarrow R-Cl^{-}+OH^{-}$$

$$2(R-OH^{-})+SO_4^{2-} \Rightarrow 2R-SO_4^{2-}+2OH^{-}$$

Высвобождаемые гидроксильные ионы соединяются с ионами водорода из катионообменной колонны, образуя молекулы воды. Поскольку гидроксильные ионы немедленно захватываются (иммобилизируются), они не способны участвовать в обратной реакции (обсужденной ранее для катионов), что приводит к небольшим величинам

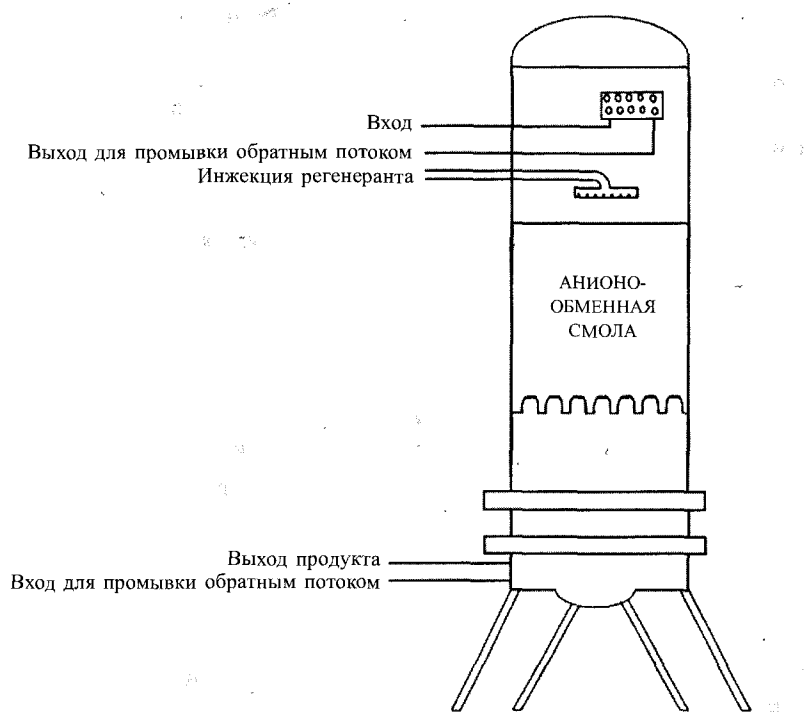


Рис. 11.7. Анионообменная установка (колонна)

уноса этих ионов из колонны. Когда анионит истощается, его подвергают регенерации избыточным объемом гидроксида натрия:

$$R-Cl^- + избыток\ OH^- = R-OH^- + Cl^- + избыток\ OH^-$$

Качество воды после обработки в катионит-анионитной паре соответствует в лучшем случае величине электросопротивления воды в 10 МОм×см, и эта чистота все еще не отвечает требованиям полупроводниковой промышленности. Степень чистоты воды может быть увеличена при применении дополнительных стадий ионного обмена, однако для достижения требуемого качества воды может потребоваться установка бесконечного количества катионит-анионитных пар (колонн), и на практике решение этой проблемы достигается путем однородного смешения катионообменной и анионообменной смол в одной колонне и, таким образом, бесконечно большое количество катионит-анионитных пар помещается в общий объем насадки.

Фильтры (колонны) смешанного действия (ФСД)

Типовая колонна смешанного действия, как показано на рис. 11.8, оснащена центральным распределителем, необходимым, если смолы регенерируются на месте (без выемки из колонны). Концепция смешанной насадки является изящной и экономичной альтернативой отдельным катионообменной и анионообменной колоннам. Однако для успешной работы колонны смешанного действия необходимо преодолеть некоторые присущие

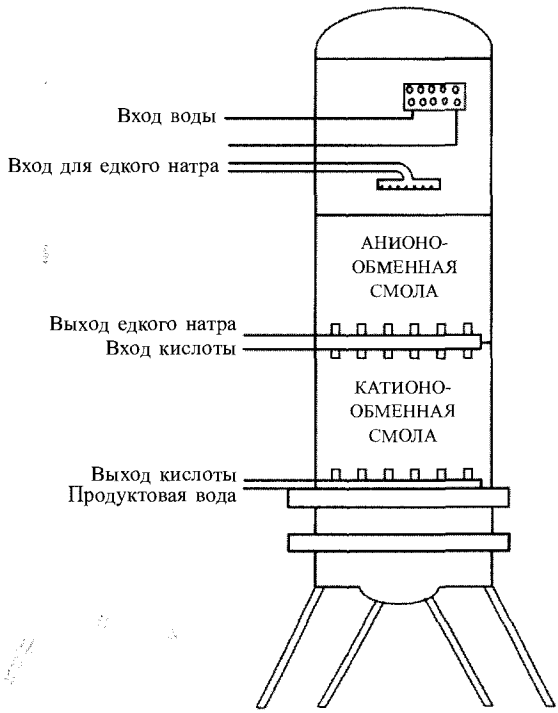


Рис. 11.8. Установка (фильтр) смешанного действия (в положении регенерации)

этому методу недостатки и проблемы механического и химического свойства. Смолы в рабочем режиме должны быть однородно перемешаны, однако конструкция колонны должна предусматривать возможность раздельной регенерации каждой из смол. Этого добиваются подбором смол с разной плотностью, что позволяет их разделить (сепарировать) при промывке насадки обратным потоком воды. После промывки (снизу вверх) более тяжелая катионообменная смола опускается на дно, в то время как легкая анионообменная смола остается сверху. Количество смол для загрузки рассчитывается таким образом, чтобы плоскость границы анионит-катионит совпадала бы с центральным распределителем (см. рис. 11.8). Катионообменная смола регенерируется введением кислоты в нижнюю часть аппарата с выходом через центральный распределитель. Анионообменная смола регенерируется подобным образом, но введением раствора щелочи в верхнюю часть колонны и выводом ее через центральный распределитель.

Проводят также и операции отмывки каждой смолы для удаления остатков кислоты и щелочи из соответствующих частей ионообменных смол. Смешение после регенерации двух типов смол достигается путем снижения объема воды в установке до уровня, незначительно выше поверхности анионообменной смолы (правильное выставление уровня необходимо для успешной работы аппарата). Затем проводят перемешивание с использованием воздуха или азота. Далее воду из аппарата спускают, чтобы смолы не перераспределились по высоте колонны после прекращения операции перемешивания с помощью газов. Затем установка подвергается отмывке для удаления регенерирующих химических реактивов в смолах из застойных зон перед возвращением в эксплуатацию или в режим ожидания.

Основной конструкционный недостаток, свойственный фильтрам смешанного действия (ФСД), обусловлен гидравлическими силами, действующими на центральный распределитель не только в рабочем режиме, но и во время обратной промывки, при которой плотный слой насадки (смол) всплывает. Распределитель должен также быть устойчивым к коррозии, которой может подвергаться при введении регенерантов. Необходимым условием эффективной регенерации является хорошее разделение смол после промывки обратным потоком.

На практике часть каждой из смол может оказаться (после их разделения) не на той стороне распределителя и будет поэтому подвергаться действию не «своего» регенеранта и, следовательно, будет выработана (отработана) при возвращении в рабочий режим. Основные причины плохого разделения смол:

- Разрушение гранул катионообменной смолы и появление из-за этого достаточно мелких и легких частиц, которые будут перераспределяться по высоте также, как и анионообменная смола.
- Закупоривание (закрытие пор) анионообменной смолы, значительно увеличивающее плотность и, тем самым, способствующее осаждению анионита вместе с катионитом.
- Потери смолы из-за ее износа от трения, что со временем приводит к сдвигу раздела смол в сторону от центрального распределителя. Даже при совершенном разделении неизбежно имеет место некоторое взаимное загрязнение регенерантами в области границы раздела. Следствием этого может явиться проскок хлорид-ионов (и, в меньшей мере, натрия) со дна в рабочем режиме, что скажется на качестве продукта – очищенной воды.

Финишная колонна («полирующий» фильтр)

Несмотря на то, что общепринятый на основе использования двух разных смол фильтр смешанного действия производит воду высокой чистоты, уровень примесей остается все еще выше, чем требуется для воды, используемой при производстве полупроводников. Проектировщик установки по производству воды располагает несколькими вариантами для удаления из потока воды немногих остающихся загрязняющих ионов. Один вариант, который может быть принят для рассмотрения – это введение финишной колонны («полирующего» фильтра) смешанного действия (ПФСД) дополнительно к основному ФСД, описанному выше. Устройство обоих сосудов схожее, однако ПФСД, как показано на рис. 11.9, содержит третью смолу, которая является инертной и не выполняет никаких функций в то время, когда установка находится в рабочем режиме. Инертная смола предназначена для создания барьера (обычно глубиной 150 – 200 мм) между катионообменной и анионообменной смолами во время их регенерации и эффективного предотвращения перекрестного загрязнения в области центрального распределителя. Плотность этой смолы должна тщательно выбираться, чтобы гарантировать, что после промывки обратным потоком она расположится между катионообменной и анионообменной смолами.

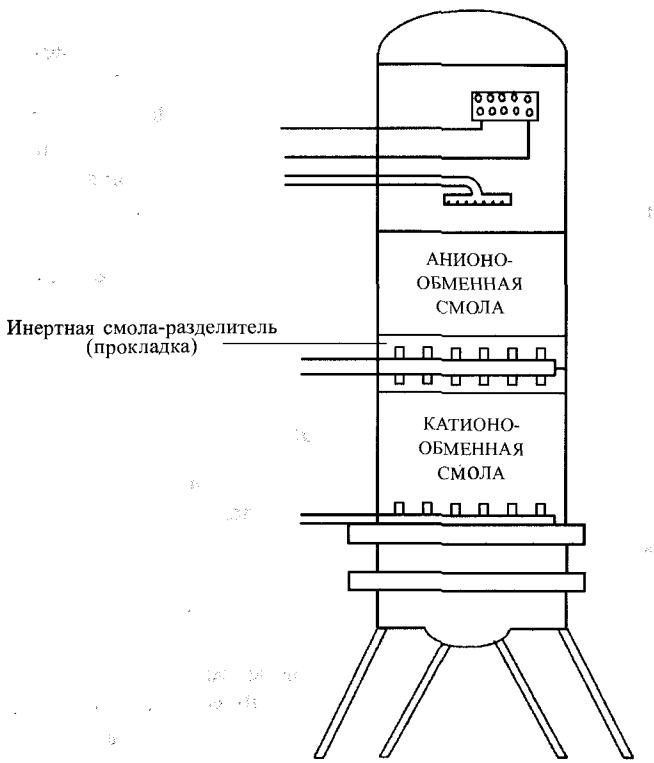


Рис. 11.9. Финишный (полирующий) фильтр смешанного действия (в положении регенерации)

Инертная смола стоит дорого, ее использование приводит к уменьшению объема, который мог бы быть занят активными смолами, однако ее использование позволяет производить воду сверхчистого качества.

Альтернативой является введение после основного ФСД еще одного фильтра смешанного действия с нерегенерируемыми смолами. Этот вариант имеет следующие преимущества:

- Более низкие капитальные затраты из-за простой конструкции аппарата, меньшего размера и отсутствия трубопроводов и запорной арматуры для ввода реагентов;
- Отсутствие возможности уноса химических реагентов в очищенную воду;
- Более низкие капитальные затраты на смолы.

Основной недостаток – смолы нужно «загружать» и полностью заменять после их «отработки» (когда качество очищенной воды ухудшается), так как смолы трудно отличить одну от другой (они не маркированы) и их невозможно разделить для регенерации. Однако в случае, когда вода на входе в колонну имеет высокую степень чистоты и соответственно достигается большой срок службы, решение установить в систему водоподготовки второй фильтр смешанного действия весьма рационально – ведь стоимость замены смол ниже капитальных затрат на аппарат ПФСД.

Системы обработки ультрафиолетовым (УФ) излучением

Необходимость удаления бактерий из сверхчистой воды обусловлена возможными повреждениями, которые могут последовать, если они достигнут поверхности пластины. Единичная бактерия может действовать также как частица, создавая неоднородность, которая может повредить последующие слои на пластинах, а если стенка клетки разрушена, то ионные компоненты бактерии могут быть причиной повреждений. Для ограничения роста жизнеспособных бактерий внутри системы финишной («полирующей») стадии очистки – в полирующем фильтре смешанного действия (ПФСД), а также внутри системы распределения воды необходимо выбрать тот или иной (определенный) метод (способ) дезинфекции. Однако, и нежизнеспособные бактерии содержат такие же количества органики и ионов, что и жизнеспособные бактерии, которые также должны быть удалены из потока очищенной воды. Наиболее часто используемый метод регулирования содержания бактерий – это УФ-облучение с последующей тонкой (субмикронной) фильтрацией. Этот метод, однако, эффективен только против планктонных бактерий, которые переносятся потоком воды, и неэффективен против неподвижных популяций бактерий, которые обитают в смолах, фильтрах, трубах и вентилях. Они могут попадать в больших количествах в основной поток воды вследствие механических ударов (толчков) или внезапных изменений скорости потока.

УФ-стерилизатор убивает бактерии путем физического воздействия в отличие от других методов, например, хлорирования и озонирования, которые действуют химическим путем. Механизм УФ-облучения – воздействие ультрафиолетового излучения с длиной волны в 254 нм на взвешенные в воде планктонные бактерии. Бактерии, подвергшиеся облучению светом с этой длиной волны, погибают вследствие повреждения их ДНК и, поскольку бактерии остаются целыми (как физическое тело), они легко могут быть удалены фильтром для частиц. Эффективность всей стадии УФ-облучения зависит от типа бактерий, от дозы облучения и времени облучения.

Конструктивно УФ-системы могут состоять как из одной, так и из многих ламп. Генерация УФ-излучения обеспечивается ртутной разрядной лампой низкого давления, помещенной (для защиты от воды) в оболочку из кварцевого стекла. Кварцевое стекло применяется в качестве кожуха УФ-лампы из-за его хорошего пропускания УФ-излучения и малой потери интенсивности (обычно менее 5%). Установки конструктивно выполняются таким образом, чтобы создать высокую турбулентность потока, что обеспечивает воздействие излучения на бактерии, существующие в виде колоний или прикрепившиеся к другим частицам. Работоспособность ламп измеряется УФ-датчиком, так как интенсивность их излучения уменьшается со временем, что в конечном итоге приводит к необходимости их периодической (обычно это делают 1 раз в 6 месяцев) замены. На практике мощность лампы выбирается таким образом, что получаемая при 50%-ном пропускании мощность достаточна для регулирования концентрации бактерий. Установки также должны быть оснащены счетчиком часов работы для правильного обслуживания и защитой от перегрева (превышения заданной температуры).

Достоинством УФ-систем является то, что они не вносят в поток воды ничего, что необходимо было бы удалить на последующих стадиях. Недостатком же является отсутствие «остаточного» действия и поэтому УФ-облучением нельзя уничтожить микроорганизмы, которые не проходят через УФ-лампы.

Другой метод, использование которого непрерывно расширяется – озонирование на определенных этапах процесса обработки воды, однако этот метод не имеет широкого применения в распределительном контуре из-за возможного повреждения озоном таких элементов как уплотнительные и герметизирующие материалы.

Использование УФ-излучения для удаления органических соединений

Большинство установок получения сверхчистой воды сейчас используют УФ-излучение с длиной волны около 185 нм для снижения содержания органических загрязнений. Мощное излучение с такой короткой длиной волны способствует разрушению органики до воды и диоксида углерода. Преобладающим механизмом этого процесса является образование под воздействием УФ-излучения гидроксильных радикалов, которые и разрушают органику.

Кроме того, одновременно при УФ-облучении разрушаются определенные углеродные связи, однако эта стадия более медленная и не является эффективной для всех углеродных связей. УФ-излучатели устанавливают до ионообменных установок, которые легче удаляют продукты окисления органики, чем природные органические соединения.

Финишная фильтрация

Последняя «линия защиты» в системе получения сверхчистой воды – это фильтрация частиц, которые достаточно велики, чтобы повредить полупроводник. Считается, что частица размером, превышающим одну десятую ширины линии, потенциально может вызвать повреждение полупроводникового устройства. Наиболее распространенный тип фильтра для частиц представляет собой корпус из нержавеющей стали, в котором устанавливается патронный фильтр для улавливания частиц размером 0,1 мкм, имеющий длину от 20 до 40 дюймов (50,8 ÷ 101,6 см). Фильтры из ацетата целлюлозы в настоящее время уступают место таким материалам как нейлон, поливинилиденфторид,

политетрафторэтилен; по желанию заказчика могут использоваться и положительно заряженные фильтры.

Фильтровальные элементы дороги, но поскольку обычно на этом этапе обработки концентрация дисперсных частиц очень мала, то срок службы фильтроэлементов достаточно большой – вплоть до нескольких лет. Особые меры предосторожности необходимо предпринимать при замене фильтровальных элементов, чтобы избежать внесения загрязнений частицами в распределительный трубопровод. Необходимо также учитывать химическую стойкость фильтроэлементов и ее зависимость от способа и процедуры стерилизации установки (непрерывной или периодической, применения реактивов и прочее). В общем, необходимо выбирать фильтры с наименьшими размерами пор, учитывая при этом допустимый по проекту перепад давления (или гидравлическое сопротивление). Проект должен предусматривать возможность применения фильтров с меньшими размерами пор с целью непрерывного совершенствования технологии очистки воды, например, при уменьшении размеров полупроводниковых изделий.

В последние годы для финишной фильтрации получил распространение процесс ультрафильтрации, который способен наряду с дисперсными частицами удалять органические молекулы больших размеров. Однако такая установка очистки воды у проектировщиков не является общепринятой в качестве финальной стадии и чаще применяется в дополнение (и при больших капитальных затратах) к стандартным патронным фильтрам. Она схожа с ОО в том, что примеси удаляются непрерывно в сливаемом потоке (потоке концентрата), расход которого обычно составляет 5 ÷ 10% от объема входящего потока.

Финишный контур

Существует большое количество факторов, которые должны быть учтены при проектировании финишного контура; основные элементы установки очистки и их анализ рассмотрены выше. Выбор системы трубопроводов является решающим, так как вся хорошо сделанная ранее работа может быть загублена плохо спроектированной распределительной системой. Относительно легко можно изменить тип ОО-мембраны, ионообменной смолы или фильтра по сравнению с первоначальным выбором, однако такую роскошь в отношении распределительного контура нельзя себе позволить без тяжелых последствий для производственных установок, потребляющих очищенную воду.

Наиболее часто используемые материалы – это фторполимеры и, в частности, поливинилиденфторид (ПВДФ). Хотя на начальных этапах процесса очистки воды наиболее часто используются традиционные пластмассы типа подивинилхлорида (ПВХ) и акрилонитрилбутадиенстирола (ABS), для финишного контура предпочтителен ПВДФ из-за присущих ему преимуществ, несмотря на более высокую стоимость.

Эти преимущества сводятся к тому, что ПВДФ:

- поддается сварке плавлением и не требует клея;
- обеспечивает минимальный рост бактерий;
- устойчив к стерилизующим агентам, таким как пероксид водорода;
- является инертным материалом, который не выделяет в систему органические или ионные загрязнения (после первоначальной отмывки).

И хотя сам ПВДФ не выделяет питательных веществ, способствующих росту бактерий, очень важно обеспечить непрерывный поток воды в системе водоподготовки,

поскольку бактерии с бóльшей вероятностью будут расти в статических условиях. Система должна быть спроектирована так, чтобы исключить образование застойных зон в трубопроводах и оборудовании в целом и обеспечить скорость движения воды в любой части установки не менее 1 м/с. Теоретически это возможно, однако на практике ее не так легко обеспечить, особенно для ответвлений трубопроводов. Оборудование для очистки жидкостей не требует постоянного поступления воды, так как эти процессы по своей сути являются циклическими, и необходимо предусматривать линии рециркуляции для каждого случая с тем, чтобы гарантировать непрерывность потока воды в системе очистки. Неиспользованная вода возвращается в начало финишного контура установки, обычно в емкость-хранилище высокочистой воды, где она смешивается и циркулирует со свежепоступившей водой.

Для завода по обработке пластин с уже спроектированной и действующей системой водообеспечения часто требуются изменения технологии очистки воды, чтобы удовлетворить требованиям бизнеса или для внедрения нового оборудования, имеющего совершенно другие рабочие характеристики. В таких случаях кардинальное изменение проекта системы может оказаться невозможным и вполне допустимы компромиссные решения.

На рис. 11.10 показана предлагаемая схема установки получения сверхчистой воды. Некоторые стадии могут быть опущены, существуют также и другие установки, которые должны быть добавлены, чтобы справиться со специфичными загрязнениями. Однако если вы посетите современную установку получения сверхчистой воды, весьма вероятно, что вы найдете нечто очень похожее на то, что представлено на рис. 11.10.

Измерительные приборы

Уменьшение размеров следующих друг за другом поколений полупроводниковых приборов представляет серьезную проблему не только в части удаления загрязнений, но также и для разработки приборов-анализаторов, способных измерять все уменьшающийся уровень загрязнений. Времена, когда электросопротивление было единственным мерилом качества воды, давно прошли, и анализаторы TOC (общего окисляемого углерода), диоксида кремния, растворенного кислорода и отдельных ионов с уровнем ниже единиц ppb уже стали стандартом.

Непрерывный мониторинг условий протекания процессов является жизненно важным на установке по производству сверхчистой воды. Начальные ступени установки более терпимы к изменениям технологии, чем финишный контур, тем не менее мониторинг здесь все же необходим для обнаружения аномальных изменений в исходной воде. Это может быть достигнуто с приемлемой стоимостью, поскольку уровень загрязнений (на этом этапе) высокий и легко обнаруживается. Однако стоимость обеспечения on-line мониторинга резко возрастает в системе распределения, где стоимость одной точки контроля сейчас приближается к 100 000 фунтов стерлингов. При этом указанная стоимость не включает измерение содержания отдельных ионов (именно на этот вид измерений приходятся как основные капитальные затраты, так и оплата труда высококвалифицированного персонала). Если возможности для серьезных капиталовложений отсутствуют, то контроль технологических параметров можно реализовать, заключив субконтракт со специальной лабораторией.

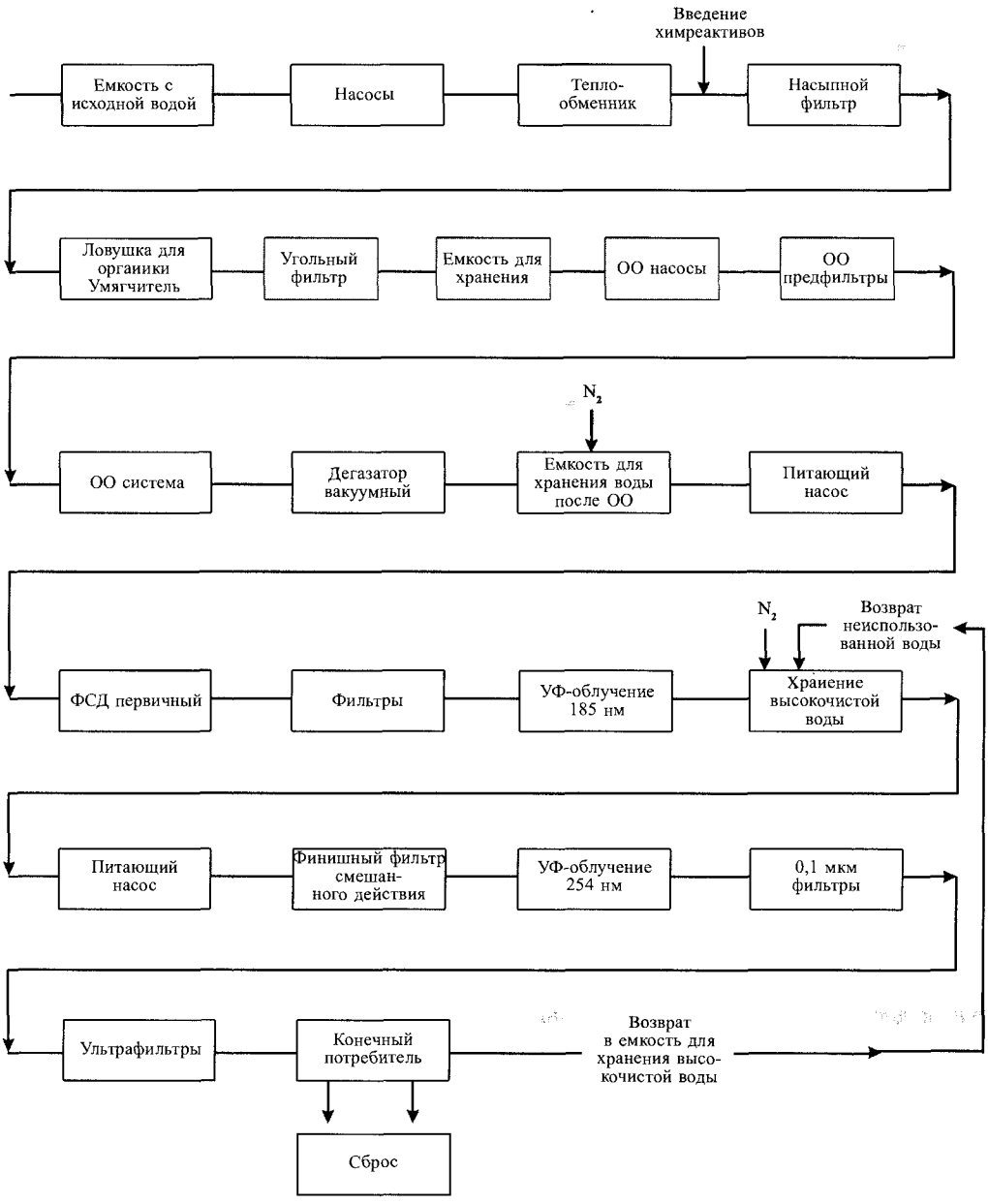


Рис. 11.10. Предлагаемая схема устаиовки по производству сверхчистой воды

12

Производство и транспортировка газов высокой чистоты в полупроводниковой промышленности

Р. ГЭЛБРЕЙТ (R. GALBRAITH)

ВВЕДЕНИЕ

Полупроводниковая промышленность потребляет огромное количество химических реагентов, обычно в жидкой или газообразной фазе. Любое химическое вещество, которое контактирует с поверхностью кремниевой пластины в течение производственного процесса, должно иметь соответствующее качество и практически быть свободным от любых примесей. По мере того как размер элемента (ширина линии) уменьшался и продолжает уменьшаться с каждым новым поколением полупроводниковых приборов, промышленность требует все более низких уровней содержания примесей во всех видах технологических сред. Когда-то допустимое содержание примесей устанавливалось на уровне миллионных долей (ppm), теперь же большинство систем работает с предельными концентрациями примесей, выражаемыми в частях на миллиард (ppb) и более низкими.

Химическими веществами, которые полупроводниковая промышленность потребляет в наибольших количествах, являются сверхчистая вода и магистральные газы – азот, аргон, кислород и водород. Современные технические требования к магистральным газам выходят за пределы традиционно измеряемых примесей, т. е. влаги, кислорода, углеводородов и частиц. Задача компаний-поставщиков газов в настоящее время состоит не только в получении все более чистых газов, но также и в разработке аналитических приборов, способных обнаруживать широкий спектр примесей с концентрациями на уровне менее одной миллиардной доли.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ГАЗОВ

В изложенных ниже подразделах описаны конструкции систем снабжения технологическими газами, а также некоторые проблемы, связанные с их использованием.

Азот

Наиболее широко используемым газом является азот, потребляемое количество которого превышает все другие газы вместе взятые, по меньшей мере, на порядок. Азот, как правило, применяется в качестве псевдоинертного газа в печах во время отжига (обыч-

но после процессов ионной имплантации или формирования оксидной пленки) и для управления скоростью роста окисла в печах (при этом он используется как разбавитель). Его применяют в системах химического осаждения из паровой фазы как инертный наполнитель на финишной стадии процесса, а также на этом же оборудовании в качестве инертной завесы, изолирующей продукт от воздуха и переносимых им загрязнителей. На некоторых производственных участках азот применяют в так называемых «мокрых процессах», чтобы обеспечить равномерное перемешивание в емкостях с деионизованной водой и другими технологическими жидкостями. Наконец, его применяют в качестве среды, свободной от воздуха и частиц, в различном оборудовании, начиная от сложного технологического оборудования (упомянутого выше) до простых шкафов для хранения фотошаблонов или пластин.

Водород

Этот газ применяют в печах совместно с кислородом для получения водяного пара (реакция является экзотермической и может вызывать проблемы с температурной стабильностью и повреждение кварца, если она происходит внутри кварцевых реакторов и строго не контролируется). Данная реакция способствует повышению скорости образования оксида и, следовательно, увеличению производительности реактора. При проведении технологических операций, включающих осаждение алюминия (в вакуумных установках распыления или испарителях), возможно возникновение дефектов на поверхности раздела кремний/диоксид кремния. Последствия этого эффекта можно снизить, помещая пластины в атмосферу смеси азота и водорода, поскольку молекулы водорода диффундируют к поверхности раздела, способствуя восстановлению химических связей.

Кислород

Кислород применяют главным образом в печах, чтобы выращивать оксидные пленки на кремниевых пластинах, или совместно с водородом, как упомянуто выше, для увеличения скорости их роста. Его также применяют в системах химического осаждения из газовой фазы для формирования пленки. Кислород используют и в системах плазменного травления для снятия фоторезиста.

Аргон

В основном этот газ также применяют в печах как более инертный (и дорогой) заменитель азота в случае, если использование последнего вызывает технологические проблемы, поскольку при высоких температурах азот может образовывать нитриды, в то время как аргон при тех же температурах остается стабильным. Его применяют в качестве разбавителя при проведении операций легирования, чтобы обеспечить равномерность скорости роста. При использовании аргона в процессе отжига снижается поверхностный заряд на границе раздела кремний/оксид, позволяя лучше контролировать величину пороговых напряжений.

ПРИМЕСИ В ГАЗАХ

Очевидно, что разные типы технологического оборудования предъявляют различные технические требования к чистоте газов. Однако обычно экономически невыгодно про-

изводить газы разного качества, поэтому обычная практика заключается в том, что качество технологического газа, подаваемого центральной станцией (установкой), определяется самым критическим процессом. Основным исключением из этого правила является азот, поскольку иногда с финансовой точки зрения может быть выгодно поставлять несколько разных сортов азота.

В табл. 12.1 приведен качественный перечень примесей, присутствие которых в технологических газах, создает проблемы при их использовании в производстве полупроводников, а также указаны причины этих проблем.

Далее следует рассмотреть путь, по которому газы подаются в производственную зону по обработке пластин и с качеством, соответствующим условиям их применения, поступают непосредственно к оборудованию.

Таблица 12.1. Примеси в газах высокой чистоты и их влияние на процесс

Газ-носитель	Примеси	Влияние примесей
Азот	Кислород	Влияет на управление скоростями роста окисла в печах и нарушает межфазную поверхность. В системах химического осаждения из паровой фазы (CVD – chemical vapour deposition) применяются такие газы как моносилан, дихлорсилан и фосфин. При контакте с небольшим количеством кислорода первые два образуют диоксид кремния в виде пыли, последний также генерирует загрязнения в виде частиц.
Азот	Влага	В печах влага может, также как и в случае с кислородом, существенно влиять на поверхность раздела кремний/оксид кремния. Размер молекулы воды меньше, чем молекулы кислорода, поэтому влага по отношению к межфазной поверхности является более опасным загрязнителем, чем кислород.
Азот	Углеводороды	Присутствие углеводородов может иметь два конкретных последствия. Во-первых, при их разложении углерод может попасть в слой оксида, снижая его целостность как изолятора. Во-вторых, при разложении углеводородов может образовываться водяной пар, оказывающий тот же эффект, что и влага в азоте.
Кислород	Влага	Как влага в азоте.
Кислород	Углеводороды	Как углеводороды в азоте. Кроме того, они взаимодействуют с газами, такими как хлористый водород (который применяют во многих процессах формирования слоя оксида) с образованием нежелательных продуктов.
Водород	Кислород	Оказывает отрицательное влияние на скорости образования водяного пара.
Водород	Влага	Проблемы незначительны.
Водород	Углеводороды	Как углеводороды в кислороде.
Аргон	Кислород	Как кислород в азоте.
Аргон	Влага	Как влага в азоте.
Аргон	Углеводороды	Как углеводороды в азоте.

ПРОИЗВОДСТВО И ТРАНСПОРТИРОВКА АЗОТА

Как уже объяснялось, для производства кремниевых микросхем необходимы значительные объемы высокочистого азота, которые обычно превышают суммарный объем всех других потребляемых газов в 20–50 раз. Такое количество азота может производиться вне предприятия на центральной станции (установке), принадлежащей одной из больших компаний – поставщиков газов, или, в определенных ситуациях, непосредственно на месте использования. Факторы, влияющие на принятие этого решения, основываются на качестве газа, его объеме, экономических соображениях и безопасности снабжения.

Требования к уровню качества

Первым из критериев, которые должны быть рассмотрены в процессе выбора, является способность поставщика производить газ, качество которого соответствует требованиям процесса. В Великобритании основные компании-поставщики газа способны решить эту задачу созданием производства на месте потребления (on-site) или поставками со стороны (off-site). Усовершенствование методов заполнения цистерн (танков) и способов доставки свели к минимуму некоторый риск загрязнения, ранее свойственный привозному жидкому азоту. Следует также принять во внимание, что при производстве на месте потребления обычно используются испарители (газификаторы), которые могут работать на привозном жидком азоте или жидком азоте, производимом на месте. Поэтому, чтобы постоянно гарантировать качество газа, привозной жидкий азот должен соответствовать качеству газа, которое достигается производством на месте потребления.

Объем

На выбор способа снабжения азотом заметно влияют объемы его потребления, однако другие факторы могут иметь еще большее значение. Если объемы потребления невелики (например, менее 500 $м^3$/час), то это обычно исключает создание производства азота на месте потребления. По мере того как требуемые объемы растут, вариант производства азота на месте потребления становится намного более привлекательным в экономическом отношении. Могут существовать и другие условия, которые позволят отдать предпочтение «местному» варианту, например, возможность поставки местного сверхчистого жидкого азота.

Бесперебойность поставок

Полупроводниковая промышленность преимущественно полагается на специализированные газовые компании, чтобы обеспечить свои потребности в азоте прямым соглашением на поставку. Имеется несколько типов контракта, зависящих от местных ограничений и индивидуального предпочтения. Два фактора вносят вклад в общую стоимость обеспечения азотом: затраты на аренду оборудования, размещаемого на месте потребления, и стоимость хранилища для жидкого азота. Производство на месте потребления требует высоких капиталовложений и эксплуатационных затрат на обслуживание, и, следовательно, приводит к более высокой себестоимости. Энергозатраты для этого варианта также выше, поскольку полупроводниковая компания обычно должна сама обеспечивать производство азота энергией и охлаждающей водой. С другой стороны, при собственном производстве требуемое количество привозного жидкого азота минимально,

и потребность в нем возникает главным образом только во время профилактических остановок. Пока размер завода, который должен быть установлен для стороннего производства, значительно меньше, и это приводит к более низкой себестоимости, весь применяемый азот следует получать из привозного жидкого азота. Стоимость его закупки будет зависеть от затрат газовой компании, которые включают стоимость транспортировки, затраты на энергию и их собственные издержки для обеспечения требуемых объемов поставок.

Азотный генератор

Типичная схема установки по производству азота показана на рис. 12.1. Установки этого типа работают по принципу ожижения воздуха и последующего испарения, или отгона фракций различных газов, используя различия в их точках кипения. Цели, которые должны быть достигнуты при проектировании установки – получение продукта максимально высокого качества и уменьшение количества потребляемой энергии (и, следовательно, эксплуатационных затрат). Основные технологические стадии процесса следующие:

1. Воздух отбирают из окружающей атмосферы (важно расположить воздухозаборник вдали от источника углеводородов, например, трубы котельной) и подают с помощью компрессоров в буферную емкость. Этот элемент устанавливается, чтобы максимально снизить колебания давления, вызванные следующим компонентом технологической схемы.
2. Сжатый воздух поступает в реверсивный теплообменник. Назначение этого аппарата заключается в том, чтобы свести к минимуму общее потребление энергии, используя холодный продукт и отработанные (сбросные) газовые потоки для охлаждения поступающего нагретого сжатого воздуха. Выходящий из теплообменника воздух имеет температуру около -160°С. При проходе через теплообменник практически вся влага и двуокись углерода из него вымораживаются. Если бы это было не так, то фактор наличия загрязнений проявился бы в снижении теплообменных характеристик (и, следовательно, в уменьшении термодинамической эффективности процесса), а также в снижении площади проходного сечения с последующим увеличением перепада давления и дальнейшим влиянием на потребление энергии. Эта свойственная методу проблема решается путем периодической смены направлений движения потоков входящего воздуха и выходящих отработанных газов. Отработанный поток может очищать загрязненный трубопровод благодаря тому, что он имеет низкое давление, а летучесть загрязнений увеличивается со снижением давления. Относительные температуры потока также важны, они регулируются с помощью турбины и ожижителя/конденсатора (оба описываются ниже). Это оказывает очищающее действие на трубопроводы. Правильная частота чередования потоков может быть достигнута на основе данных мониторинга температуры выходящего воздуха, позволяющих определить точное время переключения клапанов, но на практике для простоты клапаны переключаются через фиксированное время (обычно этот период должен быть около 10 – 15 минут).
3. Оставшиеся двуокись углерода, влага или тяжелые углеводороды затем удаляются при прохождении охлажденного газа через адсорбционную ловушку.
4. Газ теперь представляет собой смесь азота, кислорода и некоторых редких газов (в очень малых количествах), таких как аргон. Газ разделяется на два потока, один из которых подается в нижнюю часть ректификационной колонны. Другой поступает

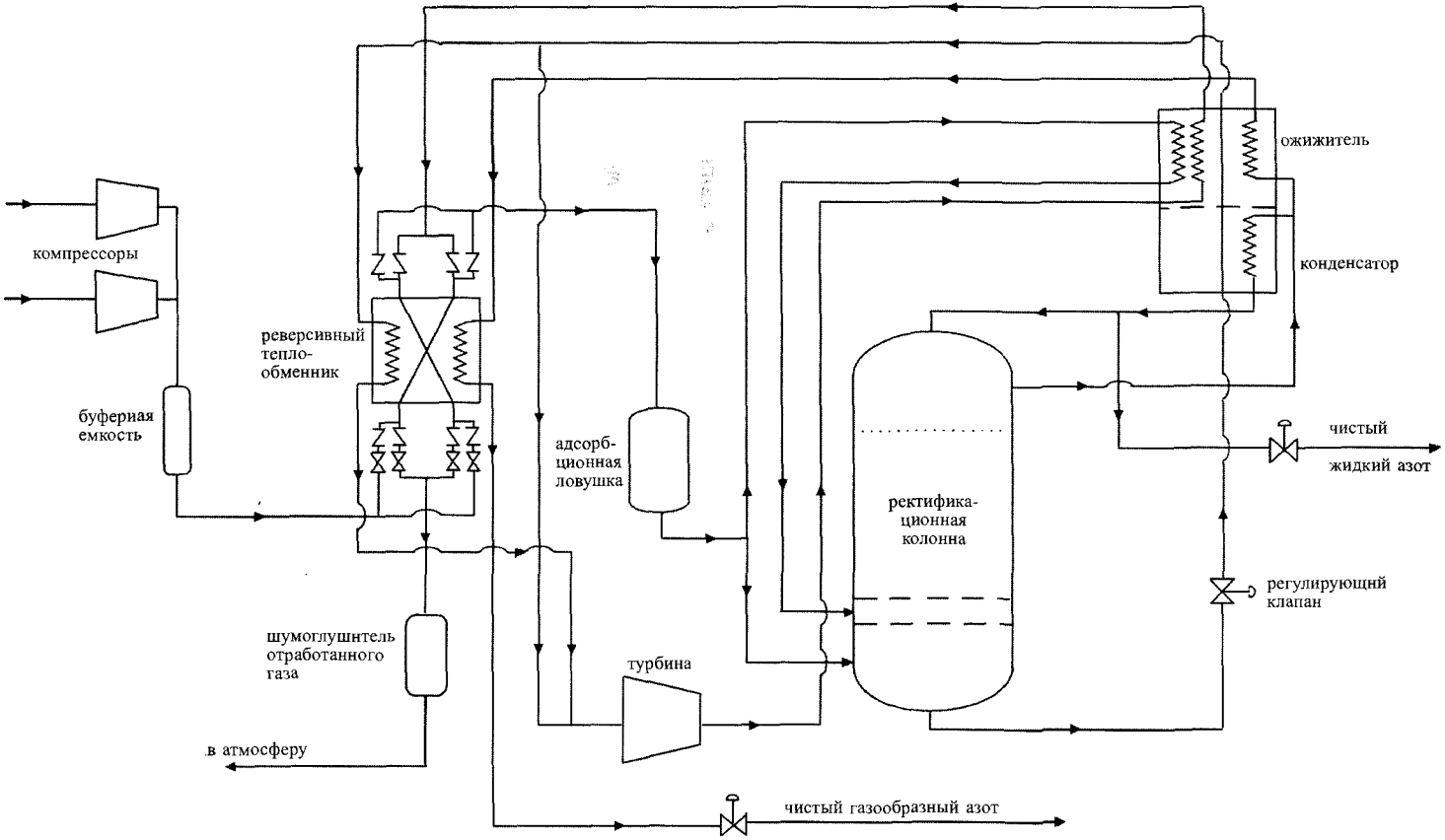


Рис. 12.1. Генератор азота

в теплообменник (в зону охлаждения), где он ожижается холодными потоками, выходящими из колонны. Далее этот поток подается в ректификационную колонну; сечение питания соответствует 1/5 высоты колонны (считая снизу вверх). Поток, подающийся на орошение в верхнюю часть ректификационной колонны, является потоком, состоящим из чистого жидкого азота.

Разделение азота и кислорода возможно благодаря разнице их парциальных давлений. Так как азот имеет более высокое парциальное давление, пар, образующийся из кипящей смеси азота и кислорода, имеет большее содержание азота, чем исходная смесь. Соответственно концентрация кислорода в жидкой фазе будет больше, чем в исходной смеси. На этом принципе основано разделение азота и кислорода в тарельчатых ректификационных колоннах. Жидкость, стекающая в нижнюю часть колонны, обогащается кислородом, в то время поднимающийся по колонне вверх пар обогащается азотом. Часть азотных паров отводится в качестве продукта из верхней части колонны, остальной азот конденсируется и поступает в колонну в качестве флегмы. Газообразный азот, полученный на современной установке, может содержать примеси в пределах нескольких ppb и будет пригоден для использования в производстве без дальнейшей очистки.

В последнее десятилетие высокое качество азота, получаемого непосредственно на производстве, а также привозного жидкого азота, устранило необходимость применения установок дополнительной очистки. Ранее некоторые потребители требовали предусматривать «локальные» (on-site) установки очистки, которые могли бы обеспечить производство азота различной степени чистоты и гарантировать стабильность его качества в процессном оборудовании. Основными недостатками таких «локальных» установок дополнительной очистки являются высокие капиталовложения (и, соответственно, себестоимость) и потенциальное влияние на производство возможных поломок установки очистки. Основным преимуществом является возможность использования газа с более низкой стоимостью и худшего качества, в результате чего можно снизить производственные затраты. Практически это снижение стоимости будет реализовано только в том случае, если установка очистки будет работать с максимальной производительностью, поскольку арендная стоимость установки является фиксированной и не зависит от степени ее использования.

Описание и схема установки очистки азота приведены в следующем разделе в качестве примера используемой технологии.

Другой вариант, который может быть предложен производителями оборудования, заключается в установке геттера (сорбционного газопоглотителя) в точке использования (point-of-use) для процессов, технологические требования к которым выходят за рамки обычных (т. е. критических процессов). Обычно такой встраиваемый в линию газопоглотитель разрабатывается для защиты процесса от основных возможных загрязнений и предназначен для конкретного оборудования. Такие геттеры не регенерируются, а их способность защищать оборудование и продукт зависит от поглотительной емкости сорбента, концентрации примесей и продолжительности воздействия загрязнения.

5. Жидкость, обогащенная кислородом, подается через регулирующий клапан в теплообменник, где она делится на два потока, первый из которых поступает в реверсивный теплообменник, затем смешивается со вторым потоком и подается в турбодетандер, где газ при расширении охлаждается. Полученный таким образом

холодный поток поступает в ожижитель, способствуя конденсации газообразного азота, поступающего из верхней части колонны и, тем самым, обеспечивая требуемое количество флегмы (для орошения колонны) и жидкого азота (в качестве резерва). Полученный холод используется также для охлаждения подаваемого на разделение воздуха и потоков чистого и отработанного азота, поступающих в реверсивный теплообменник. После прохождения через ожижитель/конденсатор газ низкого давления, обогащенный кислородом, проходит через реверсивный теплообменник, где он очищается от примесей и охлаждает поступающий сжатый воздух.

6. Отработанный газ после этого проходит через шумоглушитель и сбрасывается в атмосферу. Шумоглушитель не требуется в стационарных условиях, он предназначен для снижения уровня шума в момент выхода воздуха из канала высокого давления во время переключения направления потоков в реверсивном теплообменнике.

Качество газа, полученного при помощи описанной установки, соответствует следующему содержанию примесей:

Кислород:	гарантируется менее 100 ppb
Влага:	гарантируется менее 100 ppb
Углеводороды:	гарантируется менее 100 ppb.

Если эти уровни чистоты недостаточны для осуществления конкретного процесса, может быть применена установка очистки (подобная показанной на рис. 12.2).

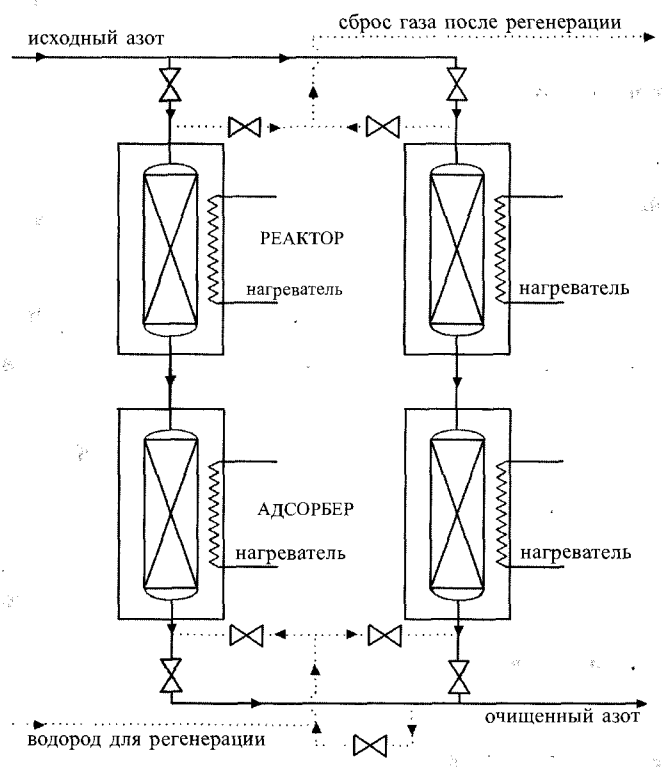


Рис. 12.2. Установка получения сверхчистого азота

Установка очистки азота

Установка очистки азота предназначена для удаления нежелательной влаги и кислорода из потока процессного азота. Обычно в ее состав не требуется включать какую-либо систему для удаления углеводородов, поскольку при охлаждении газа до криогенных температур (во время получения азота) эти примеси удаляются из него полностью. Поэтому, хотя считается, что установка для производства азота гарантирует концентрацию углеводородов только не более 20 ppb, действительное содержание углеводородов близко к пределу обнаружения.

Каждый из аппаратов в данном технологическом процессе должен периодически отключаться для регенерации, поэтому система состоит из двух параллельных технологических линий. Процесс состоит из следующих этапов:

1. Исходный азот поступает в реактор, который работает при температуре окружающей среды. Реактор заполнен никелевым катализатором для удаления кислорода.
2. Затем газ проходит в следующую емкость – адсорбер, заполненный цеолитом для удаления из газа влаги.
3. Когда одна из двух технологических цепочек исчерпывает свой ресурс, т.е. при проскоке загрязнений через реактор и адсорбер, их отключают на регенерацию.
4. Реактор и адсорбер нагревают соответственно до 250°С и 350°С.
5. Азот, выходящий из работающего адсорбера, смешивают с очищенным водородом приблизительно в соотношении 10 : 1 (по объему). Эту смесь пропускают обратным током через отключенный от линии регенерируемый адсорбер, чтобы удалить из него влагу, а затем подают в реактор, где водород реагирует с кислородом на катализаторе, образуя водяной пар. Водород, используемый в этом процессе, не должен содержать ртуть, свинец, железо или другие примеси, способные отравить никелевый катализатор. Затем этот газ сбрасывается в атмосферу.

Достигаемые уровни очистки в таких системах:

Кислород:	гарантированно менее 20 ppb
Влага:	гарантированно менее 20 ppb
Углеводороды:	гарантированно менее 20 ppb.

Однако на практике могут быть получены более высокие уровни очистки, чем указано выше.

ПРОИЗВОДСТВО И ТРАНСПОРТИРОВКА КИСЛОРОДА

Несмотря на то, что существуют установки, которые производят кислород и азот из воздуха, соотношение количества произведенных таким способом газов не соответствует структуре потребности типового полупроводникового завода, поскольку потребление азота на таком заводе будет на несколько порядков больше, чем кислорода. Поэтому даже в случае полупроводникового производства больших объемов обычной практикой является доставка жидкого кислорода в автоцистернах к централизованным танкам, предназначенным для хранения, откуда через испаритель кислород можно подавать к участкам производства пластин.

Чтобы получить требуемое для технологического оборудования качество газа, возможны два технических подхода:

1. Испарение сверхчистого жидкого кислорода.
2. Испарение кислорода стандартной чистоты с последующей локальной (on-site) очисткой.

Как и в случае с азотом, выбор определяется балансом между более низкими эксплуатационными расходами, но более высокими капитальными затратами в случае строительства локальных установок очистки и более низкой общей стоимостью сверхчистого жидкого кислорода. Обычно в сверхчистом жидком кислороде гарантируется содержание влаги и углеводородов на уровне менее 20 ppb. Описание и схема установки очистки кислорода приведены ниже (рис. 12.3).

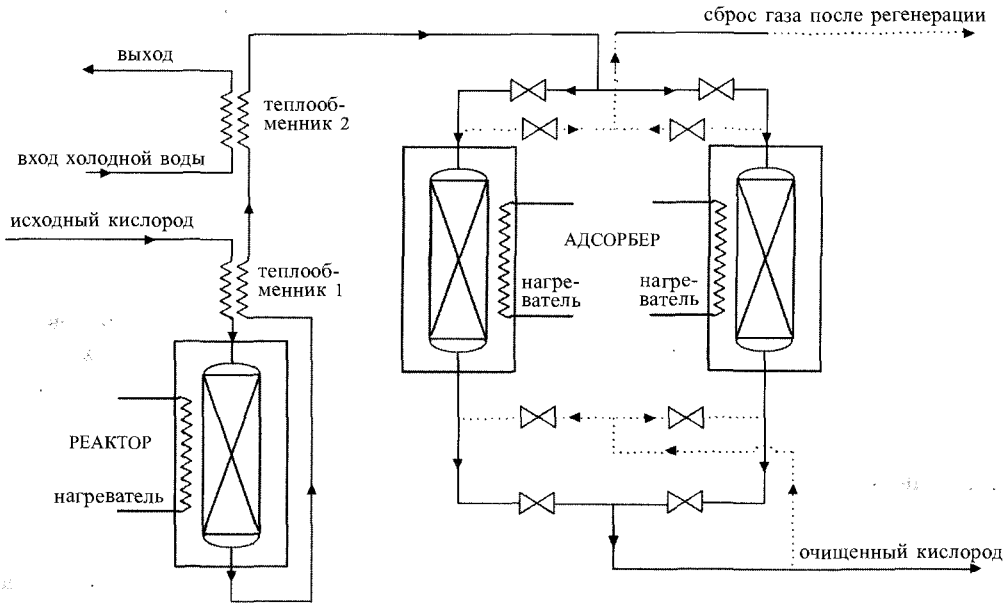


Рис. 12.3. Установка получения сверхчистого кислорода

Установка очистки кислорода

Процесс очистки кислорода в установке состоит из следующих этапов:

1. Относительно неочищенный кислород подают через теплообменник в реактор, в котором поддерживают температуру около 350°C. В реактор засыпан платиновый катализатор, который используется для окисления содержащихся в газе углеводородов, при этом образуется углекислый газ и вода. Регенерация катализатора не требуется.
2. После этого кислород подается в теплообменник, где нагревает исходный поток газа и, следовательно, охлаждается.

3. Затем кислород проходит через другой теплообменник, охлаждаясь до температуры окружающей среды, после чего поступает в адсорбер.
4. Два адсорбера работают попеременно (в режиме или/или). В адсорбер засыпан цеолит, сорбирующий влагу и углекислый газ, при проскоке которых аппарат останавливается на регенерацию (по этой причине установлено два параллельных адсорбера). Для регенерации адсорбер нагревают до температуры 350°С и через него обратным потоком пропускается кислород, который удаляет сорбированные CO_2 и воду, после чего сбрасывается в атмосферу.

Качество газа, получаемого при помощи такой установки:

Влага:	гарантированно менее 50 ppb
Углеводороды:	гарантированно менее 50 ppb.

Что касается реально достигаемых уровней качества, то справедливы комментарии, подобные тем, которые были сделаны выше в отношении установки очистки азота.

ПРОИЗВОДСТВО И ТРАНСПОРТИРОВКА АРГОНА

Весьма маловероятно, что на полупроводниковом производстве будет построена установка получения аргона, опять же вследствие его небольшого расхода. Поэтому он обычно доставляется в жидком виде в цистернах и переливается в емкости для хранения на месте.

Варианты получения аргона те же самые, что и для кислорода, а требования по чистоте могут быть удовлетворены только при испарении жидкого сверхчистого аргона. Достигаемый при этом уровень чистоты соответствует содержанию основных примесей менее 20 ppb.

Если выбрана локальная (on-site) очистка, то для получения газа высокой чистоты следует использовать специальную установку очистки аргона, подобную описанной ниже.

Установка очистки аргона

Схема установки очистки аргона показана на рис. 12.4. Процесс очистки с ее помощью включает следующие технологические этапы:

1. Исходный аргон смешивают с кислородом, чтобы получилась смесь с содержанием кислорода менее 100 ppb. Это может показаться отступлением, так как кислород – одна из примесей, которые мы стараемся удалить. Однако кислород добавляют с таким расчетом, чтобы при прохождении смеси через реактор первой ступени (содержащий палладиевый катализатор, нагретый до 400°С) кислород прореагировал с присутствующими в смеси углеводородами, образуя пары воды и углекислый газ. Реактор первой ступени не дублируется, так как он никогда не требует регенерации катализатора.
2. Затем газ проходит через теплообменник, нагревая поток входящего газа и при этом охлаждаясь, после чего направляется в одну из двух идентичных технологических линий, состоящих из реактора второй ступени и адсорбера.
3. Эти реакторы обычно работают при температуре окружающей среды, и в них засыпан никелевый катализатор для удаления из газа кислорода.
4. Из реактора второй ступени газ подается в адсорбционные колонны, засыпанные цеолитом (работающим также при температуре окружающей среды). На этой

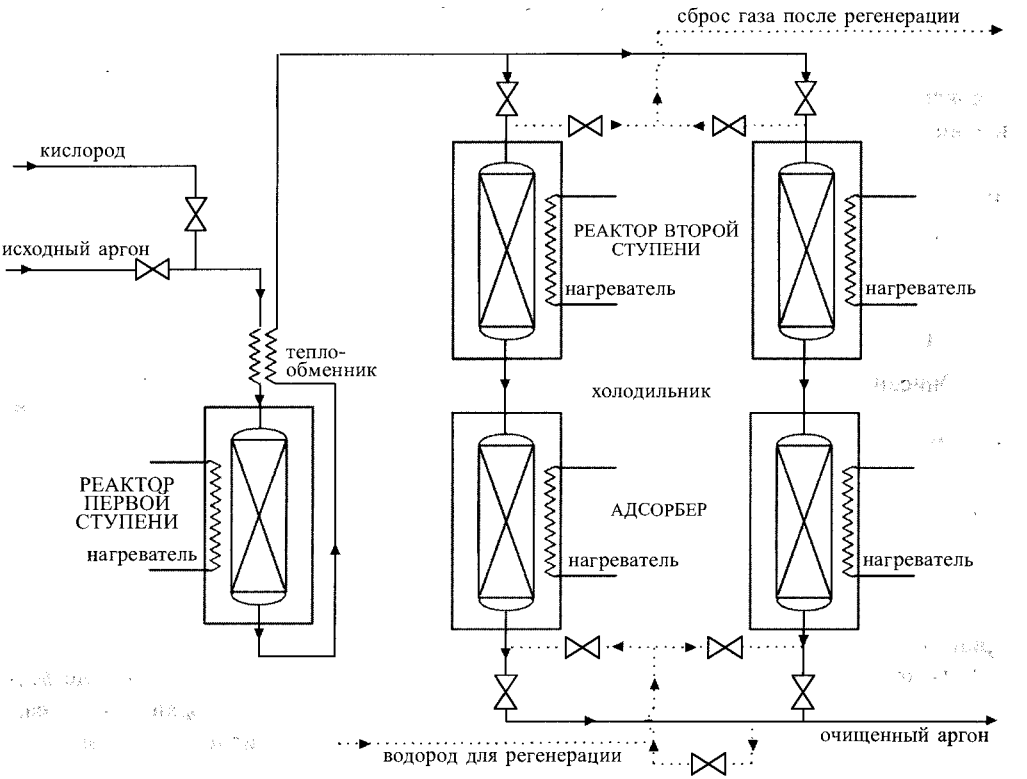


Рис. 12.4. Установка получения сверхчистого аргона

стадии из газа удаляется влага (как содержавшаяся в газе изначально, так и образовавшаяся при окислении углеводородов в реакторе первой ступени).

5. При проскоке примесей через реактор второй ступени и следующий за ним адсорбер их отключают на регенерацию, для чего реактор и адсорбер нагревают соответственно до 450°C и 350°C.
6. Водород, не содержащий примесей, отравляющих катализатор, смешивают с чистым аргоном и подают обратным током в адсорбер, где аргон удаляет накопившуюся влагу, а затем в реактор второй ступени, где водород реагирует с кислородом на катализаторе, образуя пары воды. Отработанные газы сбрасывают в атмосферу.

Содержание примесей в газе, полученном при помощи такой установки, составляет:

Кислород:	гарантированно менее 500 ppb
Влага:	гарантированно менее 500 ppb
Углеводороды:	гарантированно менее 500 ppb.

Как и в предыдущих случаях, на практике уровни загрязнений намного ниже, чем эти завышенные показатели.

ПРОИЗВОДСТВО И ТРАНСПОРТИРОВКА ВОДОРОДА

Водород может поставляться в жидком или газообразном виде. Тип установки выбирается в зависимости от таких критериев как расход, требуемое качество, возможность использования жидкого водорода и связанные с этим условия безопасности. Газообразный водород должен подвергаться «локальной» очистке (on-site), чтобы соответствовать требованиям технологии. Для достижения этой цели используются два метода:

1. Применение палладиевых мембран, которые пропускают только водород (из-за малых размеров его молекулы).
2. Применение установки очистки, состоящей из трех ступеней – каталитической, адсорбционной и криогенной.

Описание и схема последней приведена в следующем подразделе.

Установка очистки водорода

Существуют два основных типа установок очистки водорода. В первом, более простом типе установок, используются адсорбенты, а разделение основано на том, что размер молекулы газа-носителя (водорода) меньше, чем размер всех находящихся в нем примесей. Второй, более сложный тип установок, показан на рис. 12.5. В отличие от первого, этот тип установок имеет отдельные аппараты для удаления каждой примеси. Процесс включает следующие технологические этапы:

1. Исходный водород подают в реактор с палладиевым катализатором, где весь содержащийся в газе кислород реагирует с водородом, образуя водяной пар. Реактор работает при температуре окружающей среды и не дублируется, поскольку он не требует регенерации катализатора.
2. Затем газ подается в один из двух параллельно работающих адсорберов, содержащих цеолит – вещество, адсорбирующее из газа-носителя влагу (как содержавшуюся в нем первоначально, так и образовавшуюся в реакторе из кислорода). Этот модуль также работает при температуре окружающей среды.
3. Газ из адсорбера подается в аппарат криогенной очистки, в котором удаляются остатки влаги и присутствовавшие в газе органические соединения. Аппарат содержит цеолит и активированный уголь. Было установлено, что данные материалы наиболее эффективно работают при очень низких температурах. Используемые адсорбенты помещаются в контейнер с криогенной рубашкой, целиком заполненной жидким азотом. Входящий и выходящий потоки газа проходят через теплообменник (во-первых, чтобы температура очищенного газа не была очень низкой, и, во-вторых, для охлаждения входящего в криогенный узел газа, что позволяет снизить расход жидкого азота).
4. При проскоке примесей аппараты останавливают для регенерации. Газообразный азот, нагретый до 250°С, пропускают через реактор и таким образом удаляют накопленную влагу и углеводороды.
5. Чистый водород пропускается обратным током через адсорбер (который на время регенерации нагревается до 350°С), чтобы удалить из него влагу.
6. Отработанные газы затем сбрасываются в атмосферу.

Оба типа установок очистки способны производить водород с содержанием примесей (кислорода, влаги и углеводородов) на уровне менее чем 100 ppb.

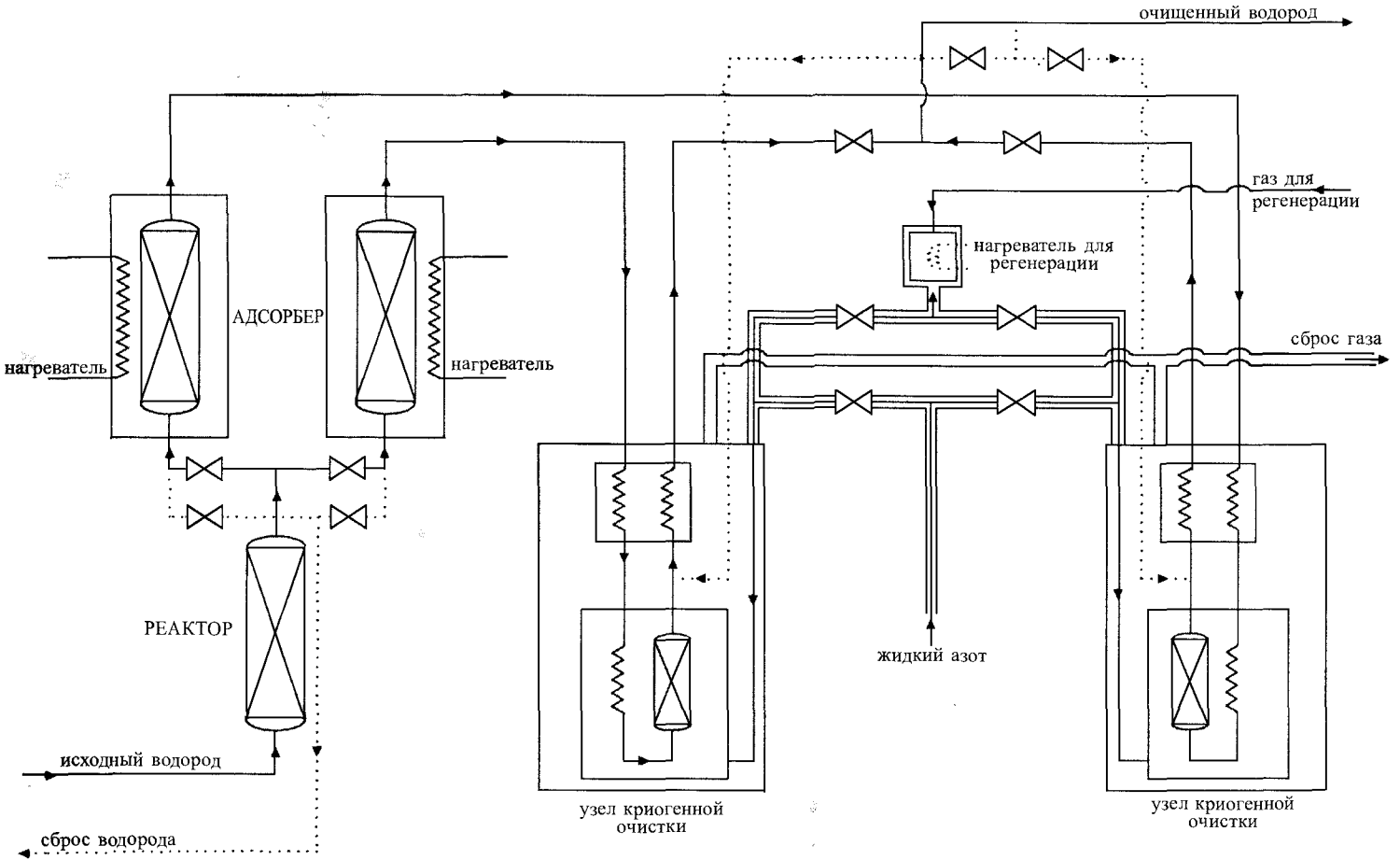


Рис. 12.5. Криогенная установка получения сверхчистого водорода

СИСТЕМЫ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗОВ

Нержавеющая сталь

Главная задача распределительной системы заключается в том, чтобы доставить газ от сервисной площадки к технологическому оборудованию без ухудшения его качества. Такие компоненты системы, как трубы и вентили, не должны привносить частицы в газовый поток и должны быть защищены от проникновения загрязнений извне. Система должна быть разработана таким образом, чтобы свести к минимуму возможность возникновения застойных зон, учитывать потерю давления в трубопроводе и обеспечивать требуемую скорость газового потока.

Материалом, который практически всегда применяют, чтобы не только удовлетворить этим критериям, но также обеспечить механическую прочность и коррозионную стойкость, является нержавеющая сталь марки 316L. Типичный состав этой марки стали приведен в табл. 12.2.

Таблица 12.2. Состав нержавеющей стали 316L

Элемент	Содержание (%)	Элемент	Содержание (%)
Углерод	0,03 (максимум)	Кремний	1 (максимум)
Хром	16–18	Фосфор	0,045 (максимум)
Никель	10–14	Сера	0,08 (максимум)
Марганец	2 (максимум)	Молибден	2–3

Дополнительным требованием, действующим в настоящее время, является то, что любые части трубопроводов, вентили или другая арматура, контактирующие с газом, должны быть электрополированы и иметь обработку поверхности лучше, чем R_a 0,40.

Электрополировка Электрополировка – это избирательный процесс электрохимического удаления металла, включающий макро- и микрополирование (макрополирование – это удаление с поверхности следов эрозии, трещин, царапин, посторонних включений, шероховатости, в то время как микрополирование – это удаление очень маленьких неровностей поверхности).

При правильном сочетания состава электролита, тока/напряжения и температуры раствора участки с крупной шероховатостью или области, имеющие высокие плотности дефектов, селективно удаляются с бóльшей скоростью, чем остальная поверхность.

При прохождении тока низкого напряжения через протекающий химический раствор одновременно может проводиться макро- и микрополировка, что позволяет создать максимально гладкую полированную поверхность. Одним из дополнительных преимуществ этого процесса является то, что, поскольку он анодный по природе, из раствора освобождается кислород, который стремится пассивировать поверхность стали, образуя на ней относительно инертную поверхностную пленку.

После электрополировки любые остатки химических веществ должны быть удалены промывкой в деионизованной воде. При использовании для этих целей обычной водопроводной воды некоторые остатки травления могут не удалиться, образуя пятна на поверхности. Поэтому важно, чтобы потенциальный покупатель «чистого» трубопровода

проверил, имеет ли его поставщик небольшое производство деионизованной воды для упомянутой выше цели.

Производственным методом, применяемым для соединения компонентов из нержавеющей стали между собой, является орбитальная сварка в инертной атмосфере высокочистого аргона. Параметры каждого сварного шва могут строго контролироваться и быть документированы, чтобы добиться получения герметичных, гладких и не содержащих примесей швов. Особое внимание должно быть уделено всем стадиям производства, чтобы исключить загрязнения, которые может быть трудно или вообще невозможно удалить после сборки системы. Действие этого принципа должно распространяются везде – от упаковки, контроля, очистки и осушки до самой процедуры сварки; бóльшая часть этих операций должна выполняться в условиях чистых помещений.

Вентили Если систему изготавливают из электрополированной нержавеющей стали, то будет логично использовать вентили, которые полностью изготовлены из нержавеющей стали, или вентили, в которых все части, контактирующие с газом, изготовлены из нержавеющей стали. Мембранные вентили обычно предпочтительнее дроссельных, поскольку из последних при работе выделяются микрочастицы. Выбранный вентиль также должен иметь чистые выходные отверстия, размещенные с каждой стороны для удобства сборки и общей очистки системы перед ее использованием.

Вентили должны поставляться производителем в следующем состоянии:

- внутренние поверхности вентиля электрополированы по требуемым для поверхности техническим условиям;
- корпус вентиля и мембрана обезжирены, промыты в деионизованной воде и осушены путем обдувки аргоном;
- очищенный вентиль должен быть упакован в двойную, прочную, свободную от пыли полиэтиленовую упаковку, которая должна быть заполнена аргоном и загерметизирована сваркой; снаружи должен быть приклеен ярлык с указанием даты упаковки.

Необходимо отметить, что при заказе вентилей следует указывать требования к патрубкам, которые должны в точности соответствовать размерам и техническим требованиям материала труб, к которым вентили должны быть присоединены. Если в технических требованиях на вентиль указать различные размеры патрубков на входе и выходе, то такой вентиль может также использоваться в качестве переходника.

Покупатель должен сам убедиться, что процесс очистки, сборки и упаковки в рабочих помещениях поставщика организован удовлетворительно. Для вентилей это более важно, чем для любых других сборочных единиц, поскольку их очистка на месте установки практически нецелесообразна, и даже контроль внутреннего объема фактически невозможен без внесения загрязнений внутрь вентиля.

Фитинги Все фитинги должны быть изготовлены из тех же самых материалов, что и трубы. Фитинги должны быть пригодными для орбитальной сварки, т. е. концевые части, которые будут сварены, должны иметь соответствующие секции, достаточно длинные для того, чтобы их можно было закрепить в фиксаторы орбитальной сварочной машины.

Фитинги также должны быть электрополированы до такой же степени, как и другие детали. Они должны поставляться очищенными и упакованными, причем упаковка должна быть заполнена аргоном под давлением.

Фильтрация Удаление частиц путем фильтрации должно быть предусмотрено во всех газовых распределительных системах. В идеальном случае газ должен фильтроваться на входе в газовую распределительную систему (чтобы минимизировать накопление частиц в трубопроводе), а также в каждой точке потребления (как защита от любых частиц, которые могли попасть в линию или образоваться внутри системы). Фильтродержатель должен быть изготовлен из того же материала и иметь внутреннюю поверхность, обработанную аналогично другим компонентам системы. Фильтрующий элемент должен иметь размер пор 0,1 мкм или менее. Выбору фильтра следует уделить особое внимание, и везде, где это возможно, должны быть проведены измерения эффективности фильтра, используя непрерывный контроль частиц в потоке (on-line).

Монтаж

(a) Сборка узлов

Сборка узлов должна производиться или в чистом помещении, или в помещении с зонами однонаправленного воздушного потока, чтобы обеспечить чистоту воздушной среды в области открытого конца трубы. Следует стремиться обеспечить условия, соответствующие классу 10 000 или более высокому уровню чистоты. Вне чистой воздушной среды все открытые концы деталей должны быть закрыты. Персонал, работающий внутри чистого помещения, должен носить специальную технологическую одежду и обувь и, кроме того, использовать непылящие защитные перчатки при работе с материалами и компонентами системы. Основная идея, которая должна быть принята для этой части работы, заключается в том, что «намного проще сохранить внутренние поверхности чистыми, чем очистить их, когда они загрязнены».

(b) Общая сборка

Все открытые концы сборочных единиц должны быть закрыты и загерметизированы в пластиковую упаковку вплоть до ее вскрытия на участке, где все элементы должны быть соединены с основной системой. Этот участок должен поддерживаться в условиях максимально возможного уровня чистоты, чтобы свести к минимуму возможные загрязнения. В некоторых случаях (если сварка компонентов проводится на месте) можно использовать портативную установку очистки воздуха с HEPA-фильтрами. Однако ограничение по габаритам и близость к другим технологическим трубопроводам большого диаметра могут препятствовать ее применению для многих конструкций.

При проведении любых сварочных работ должна поддерживаться необходимая скорость подачи чистой среды в течение достаточного времени, чтобы гарантировать отсутствие застойных зон около участка сварки. Чтобы определить это время, может быть полезным применение портативного анализатора кислорода.

Контроль Испытания качества монтажа системы должны проводиться тремя способами:

1. В идеальном случае должен быть проведен рентгеновский контроль всех сварных швов, чтобы подтвердить соответствие качества работ техническим требованиям на установку. Если 100%-ный контроль не осуществляется (возможно, по финансовым причинам), то, вероятно, самым эффективным способом является контроль 10% швов. В случае обнаружения дефектного шва должна быть проверена документация для всех швов, чтобы определить, имеется ли какой-либо общий фактор в найденных дефектных швах. Дефекты могут быть следствием плохого соблюдения

протокола чистоты при сборке или могут быть связаны с тем, что сварку проводили в месте, где соблюдение требований чистоты было трудно контролировать. Возможной причиной могут быть сбои в подаче жидкого аргона в определенном промежутке времени, неудовлетворительная работа сварочной машины или даже индивидуальное мастерство сварщика. Эти отклонения, в определенной степени, могут быть сведены к минимуму путем проведения контрольных сварок через определенные, строго соблюдаемые промежутки времени (как минимум в начале и в конце выполнения каждой стадии работ) с проведением проверки до дальнейшего продолжения работы. Любые подозрительные сварные швы должны быть удалены и заменены. Договор на выполнение работ должен быть составлен так, чтобы отражать это требование и, соответственно, гарантировать, что финансовую ответственность за издержки вследствие таких ошибок несет монтажная организация.

2. Система должна быть испытана на герметичность компонентов и сварных швов путем заполнения системы аргоном под давлением, в 1,5 раза превышающем рабочее, и наблюдения за падением термокомпенсированного давления в течение более 24 часов. Если это испытание прошло успешно, систему проверяют на утечки в каждом сварном шве с помощью гелиевого течеискателя.
3. Третий вид испытаний позволяет подтвердить, что смонтированная система свободна от загрязнений. Это делают после продувки системы (во время которой удаляют оставшиеся мельчайшие загрязнения) путем пропускания через систему инертного газа высокой чистоты с одновременным контролем содержания влаги, кислорода, углеводородов и частиц на входе и выходе из системы, проверяя таким образом целостность системы и качество ее сборки (монтажа).

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Все изложенное выше ставило своей целью дать некоторое представление о степени сложности доставки особочистых технологических газов к участкам производства пластин. Несмотря на то, что материал этой главы не претендует на исчерпывающее изложение, он содержит все главные инженерные концепции.

Магистральные газовые системы, которые устанавливают, чтобы удовлетворить требованиям сегодняшнего дня, должны быть достаточно гибкими, чтобы приспособиться к требованиям производства более чистых газов в последующие 10 или даже 20 лет. В последние годы достигнут значительный прогресс, но в будущем, несомненно, поставщикам газов предстоит решить более сложную задачу, чтобы удовлетворить строгим требованиям промышленности, поскольку производство полупроводников становится все более сложным с уменьшением размеров элементов и, следовательно, более чувствительным к загрязнениям. Действительно, перечень контролируемых примесей продолжает расти, и, несомненно, что скоро в него попадут и такие примеси, которые вообще не считались вредными в прошлом.

13

Материалы для технологических трубопроводов

Т. ХОДЖКИС (T. HODGKIESS)

ВВЕДЕНИЕ

Настоящая глава посвящена выбору материалов для изготовления технологических трубопроводов высокочистой воды. Она состоит из двух главных разделов. В первом представлен обзор материалов, которые предпочтительно используются при создании установок очистки воды. Второй раздел касается специальных компонентов трубопроводов, применяемых в системах транспортировки воды, начиная от воды водопроводной до высокочистой. Не оставлены без внимания и материалы трубопроводов, предназначенных для транспортировки кислот и газов.

Существует большое разнообразие материалов, которые отвечают требованиям изготовления трубопроводов и сопутствующего оборудования. Сюда входит широкий спектр ***металлов***, начиная от углеродистой стали до экзотических сплавов, например, самых современных нержавеющих сталей, сплавы на основе никеля и титана, а также большой ассортимент ***полимеров,*** начиная от самого элементарного полиэтилена до дорогих фторполимеров.

В настоящей главе наиболее пристальное внимание будет уделено таким основным аспектам проблемы выбора материалов для трубопроводов, как:

- Доступность в требуемом виде и сортаменте;
- Способность к соединению;
- Стоимость;
- Коррозионная стойкость или стойкость к деструкции.

Последнее требование является критическим: (а) поскольку, по очевидным причинам, оно определяет срок службы и надежность систем транспортировки и (б) коррозионное разрушение является главным источником загрязнения высокочистой воды продуктами коррозии. Еще одна возникающая при этом проблема заключается в том, что высокочистая вода может являться агрессивной средой для многих материалов.

МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ТРУБОПРОВОДОВ

Углеродистая сталь

Этот материал дешев, легко обрабатывается и соединяется (например, хорошо сваривается), а также обладает хорошими механическими свойствами. Перечень некоторых

механических свойств ряда материалов, обсуждаемых здесь, представлен в таблице 13.1. Тем не менее, несмотря на свои достоинства, углеродистая сталь имеет очень низкую коррозионную стойкость. Такой недостаток можно уменьшить, прибегнув к применению антикоррозионной защиты, например, неметаллических порошковых, каучуковых или других полимерных покрытий, а также металлических покрытий (например, гальванических), однако это увеличивает стоимость самих труб и, кроме того, надежность этих покрытий не всегда высока.

Таблица 13.1. Механические свойства некоторых металлических и полимерных материалов

Материал	0,2% предела прочности ($Н/мм^2$)	Предел прочности при растяжении ($Н/мм^2$)	Относительное удлинение (%)	Модуль упругости ($МН/мм^2$)
0,2% C/ 5% Mn, C-сталь	195	480	25	210
Химически чистая медь (OFHC)	60	220	60	110
95/5, Cu/Ni/Fe	120	280	40	
90/10, Cu/Ni/Fe	140	310	40	135
70/30, Cu/Ni	150	380	45	152
70/30, Cu/Ni/Fe/Mn	190	460	45	
Нерж. сталь, марка 304	205	520	35	200
Нерж. сталь, марка 316	205	515	35	200
20Cr/25Ni/4,5Mo аустенитная нержавеющая сталь	220	590		
25Cr/6Ni/1,5Mo аустенитно-ферритная нержавеющая сталь	450	800		
Полиэтилен высокой плотности (HDPE)		21–38		
Полиэтилен низкой плотности (LDPE)		10	600	0,1
Полипропилен (PP)		20–40	70–1100	1,4
Поливинилхлорид пластифицированный (PVC)		10–24	105–400	
Поливинилхлорид непластифицированный (uPVC)		35–62	150	2,5–4,1
Акрилонитрилбутадиенстирол (ABS)		30–50	30–45	2,0
Политетрафторэтилен (PTFE)	10	17–39	200–600	0,4–0,6
Поливинилиденфторид (PVDF)	46	39–54	20–150	2,4
Хлортрихлорфторэтилен (CTCFE)	31	41–54	200–300	1,7
Сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами (PFA)	15,5	27–32	340	0,7
Сополимер тетрафторэтилена с гексафторпропиленом (FEP)		20	200–350	0,5
Сополимер тетрафторэтилена с этиленом (ETFE)	24	48	200–500	1,5

Примечание: Все металлические материалы в отожженном состоянии.
Предел прочности при растяжении для полимерных материалов соответствует температуре 23°C.

Медь и медные сплавы

Медь Этот материал широко используется в системах водоснабжения. Ей присущи многие свойства углеродистой стали, однако она намного превосходит последнюю по коррозионной стойкости. Тем не менее, несмотря на широкое распространение меди в сфере промышленного и гражданского водоснабжения, из-за присущей ей питтинговой (точечной) коррозии, иногда при ее использовании могут возникать проблемы для некоторых типов воды (как горячей, так и холодной).

Питтинговая коррозия медных труб часто связана с наличием пленок или осадков различных веществ в трубопроводных системах. Например, наличие осадков в потоке может ускорять питтинг. Так, было установлено, что в Великобритании в течение 30 последних лет большинство проблем, связанных с питтинговой коррозией, обусловлено наличием на поверхности труб углеродной пленки, оставшейся после процесса их изготовления. В различных обзорах британских геологических служб отмечается корреляция между склонностью к питтингу и некоторыми особенностями химического состава местной воды, которая в последние годы, возможно, и была источником большого числа проблем в Шотландии. Эти проблемы были связаны с точечной коррозией и выходом из строя медных трубопроводов на многих объектах, в частности, в госпиталях и отелях.

Большая скорость водного потока может вызывать и эрозионную коррозию в местах изгибов или других местах с большой турбулентностью, например, в местах скопления осадков или неудачно выполненных соединений. Защита от эрозионной коррозии – это, главным образом, вопрос хорошего конструирования и выполнения монтажа, включая сведение к минимуму мест потенциальной турбулентности в сочетании со всеобъемлющим регулированием скоростей потоков. Если при использовании труб из чистой меди проблемы эрозионной коррозии все же возникают, то возможный подход к их решению может заключаться в замене пораженных участков труб на трубы, изготовленные из более коррозионностойких медных сплавов, например, медно-никелевых, которые дают возможность максимально увеличить скорость воды от примерно 2 м/с для трубопроводов из чистой меди до порядка 4,5 м/с для трубопроводов из сплава 70/30 медь/никель.

Медно-никелевые сплавы Эти сплавы представляют собой материалы, характеризующиеся значительно большей коррозионной стойкостью по сравнению с чистой медью. Некоторые типы таких сплавов, выпускаемые промышленностью, представлены в таблице 13.2; коррозионная стойкость сплава увеличивается по мере увеличения содержания никеля, а при заданном содержании никеля возрастает и с увеличением количества в нем железа.

Как видно из таблицы 13.2, медь и медно-никелевые сплавы имеют значительно меньший предел прочности, чем многие другие металлические сплавы, и это должно найти отражение при проектировании систем трубопроводов, особенно систем транспортировки жидкостей под высоким давлением.

Для воды с большим солесодержанием медно-никелевые сплавы более предпочтительны в применении по сравнению с медью. Сплав 90/10 очень широко используется в системах транспортировки морской воды, но не имеет широкого распространения в системах, предназначенных для рассмотрения в этой главе.

Таблица 13.2. Некоторые промышленные медно-никелевые сплавы

Сплав (%)	Ni (%)	Fe (%)	Mn (%)	Cu
95/5, Cu/Ni/Fe	5,5	1,2	0,5	остальное
90/10, Cu/Ni/Fe	10,5	1,7	0,8	остальное
70/30, Cu/Ni	31,0	2,0	2,0	остальное
70/30, Cu/Ni/Fe/Mn	31,0	2,0	2,0	остальное

Нержавеющие стали

Термин «нержавеющая сталь» включает в себя широкий спектр сплавов, содержащих 11–30% хрома, 0–35% никеля и 0–6% молибдена наряду с возможным содержанием более малых количеств других элементов, например, титана, ниобия и азота. Состав нержавеющей стали определяет кристаллическую структуру и, следовательно, влияет на ее свойства при температуре окружающей среды. Так, нержавеющая сталь может быть ферритной, аустенитной, мартенситной или аустенитно-ферритной (представляющей собой смесь аустенита и феррита).

Хром – наиболее важный элемент сплава нержавеющей стали, обусловливающий формирование ферритной структуры. Как можно видеть из диаграммы состояния, представленной на рис. 13.1, сплав железо-хром с более чем 12% хрома сохраняет ферритную структуру при всех температурах вплоть до температуры окружающей среды. С другой стороны, никель стремится придать стали свойства аустенита и, таким образом, ориентировочно можно полагать, что увеличение никелевого компонента должно смещать гамма-петлю, представленную на рис. 13.1, дальше вправо и вниз, приводя к образованию сплава, который полностью является аустенитным при температуре окружающей среды, если только не компенсировать это посредством одновременного увеличения содержания хрома. Влияние других элементов, присутствующих в нержавеющей стали для стабилизации аустенитности либо ферритности, может быть выражено посредством описания состава сплава в терминах «хромового эквивалента» (для ферритных промоторов) или «никелевого эквивалента» (аустенитных стабилизаторов) следующими выражениями (состав в масс. %):

$$\text{Cr эквивалент} = \text{Cr} + 2\,\text{Si} + 1{,}5\,\text{Mo} + 5\,\text{V} + 5{,}5\,\text{Al} + 1{,}75\,\text{Nb} + 1{,}5\,\text{Ti} + 0{,}75\,\text{W}$$
$$\text{Ni эквивалент} = \text{Ni} + \text{Co} + 0{,}5\,\text{Mn} + 0{,}3\,\text{Cu} + 30\,\text{C} + 25\,\text{N}$$

Весьма приблизительные составы композиций четырех типов нержавеющих сталей представлены ниже.

Ферриты (12–30% Cr, 0–4% Ni, 0–4% Mo, низкое содержание углерода) Ферриты не являются высокопрочными сталями (предел текучести 275–415 Н/мм^2), но они имеют хорошую ковкость (пластичность) и способность к холодному формованию. Они не поддаются закалке при высокой температуре и только незначительно закаливаются при применении обработки холодом. Недавние разработки привели к тому, что промышленность стала выпускать нержавеющую сталь с малой склонность к образованию трещин, т. е. с очень низким содержанием углерода и азота (менее чем 0,04% C + N), с улучшенной ковкостью, прочностью (ударной вязкостью) и свариваемостью.

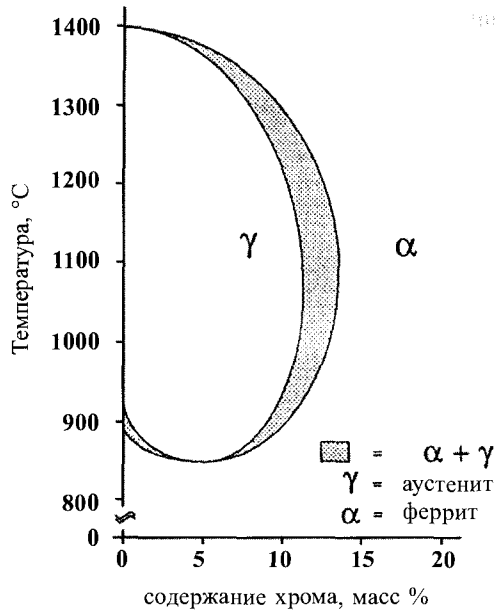


Рис. 13.1. Диаграмма состояния железо-хром (для сталей с содержанием углерода до 0,1%)

Мартенситы (11–18% Cr, 0–6% Ni, 0–2% Mo, 0,1–1% C) Эти нержавеющие стали являются аустенитными при высоких температурах, однако переходят в феррит при медленном охлаждении (см. рис. 13.1) и фактически могут переходить из области аустенита в мартенситно упрочненные стали при соответствующем режиме охлаждения. Этот переход увеличивает прочность сплава (предел прочности находится в пределах 550–1860 Н/мм^2) и приводит к тому, что мартенситно упрочненные марки сплавов предпочтительны в использовании для изготовления насосов, вентильной арматуры, болтов, затворов и подшипников. Мартенситно упрочненные нержавеющие стали имеют меньшую пластичность и коррозионную стойкость по сравнению с ферритными марками сплавов.

Аустениты (17–27% Cr, 8–35% Ni, 0–6% Mo) Количество никеля, требуемого для производства полностью аустенитной структуры при комнатной температуре, уменьшается по мере увеличения содержания углерода. Аустениты не могут закаляться при тепловой обработке, но могут подвергаться упрочнению при холодной обработке. При комнатных температурах предел прочности лежит в диапазоне 207–1380 Н/мм^2 в зависимости от состава и продолжительности холодной обработки. Аустениты также проявляют хорошую ковкость и ударную вязкость и являются, в основном, легко свариваемыми. Обычно они обладают высокой коррозионной стойкостью за исключением подверженности к коррозионному растрескиванию, вызываемому хлоридами (ферритные сплавы менее уязвимы к коррозионному растрескиванию). В противоположность ферритным маркам сплавов, азот оказывает благоприятное воздействие на стабильность и прочность аустенитов, и поэтому в некоторых недавно разработанных аустенитных марках нержавеющей стали его концентрация составляет примерно 0,2%.

Аустенитно-ферритные сплавы (18–27% Cr, 4–7% Ni, 2–4% Mo) Эти сплавы имеют повышенный предел прочности по сравнению с аустенитными. Они и были разработаны для этой цели, однако их коррозионная стойкость аналогична коррозионной стойкости как аустенитных, так и ферритных нержавеющих сталей. Аустенитно-ферритные сплавы часто содержат до 0,25% азота и их можно использовать для цилиндрических заготовок (корпусов аппаратов) и трубок теплообменников, а также компонентов насосов и трубопроводов, эксплуатируемых в жестких условиях.

Все типы нержавеющих сплавов характеризуются значительно большей коррозионной стойкостью по отношению к большинству эксплуатационных сред, чем обычная углеродистая сталь. Это свойство нержавеющих сталей обусловливается наличием на их поверхности тонкого защитного слоя, обогащенного окисью хрома. Такая исключительная коррозионная устойчивость является особым признаком всех нержавеющих сталей и определяет возможности их использования без угрозы возникновения эрозионной коррозии при гораздо более высоких скоростях потока, чем это возможно для материалов на основе меди, которые обсуждались в предыдущем разделе. С другой стороны, нержавеющие стали оказываются гораздо более чувствительными к щелевой коррозии и к питтинговому разъеданию в условиях отсутствия движения среды, но различные марки нержавеющих сталей проявляют значительное различие в стойкости к таким локальным формам проявления коррозии.

В самых общих чертах можно сказать, что устойчивость нержавеющей стали к локальным формам коррозии возрастает с увеличением содержания хрома и молибдена в ее составе (но, к сожалению, также возрастает и ее стоимость).

Подробные характеристики промышленных нержавеющих сталей представлены в табл. 13.3. Все они могут использоваться в системах транспортировки воды, но для наиболее соленых вод предпочтительны аустенитные сплавы с содержанием примерно 18Cr и 10Ni. Два наиболее распространенных образца таких сплавов (обычно имеющих американскую маркировку) представляют собой аустенитные нержавеющие стали марок 304 и 316 с типичным составом, представленным в табл. 13.3 и немного более детально описанных ниже.

Марка 304: 18–20% Cr, 8–10,5%Ni, 0,08% C (максимально), плюс Mn, Si, P, S.
Марка 316: 16–18% Cr, 10–14% Ni, 0,08% C (максимально), 2–3%Mo, плюс Mn, Si, P, S.

Марка 316 превосходит по коррозионной стойкости сталь марки 304 благодаря тому, что она содержит в своем составе молибден, который ответственен за придание повышенной коррозионной стойкости. Хотя и существуют сплавы нержавеющих сталей с более высоким содержанием молибдена (например, содержащие 20Cr/18Ni/6Mo или 29Cr/4Mo), они значительно дороже, чем стали марок 304 и 316 и, следовательно, только они заслуживают рассмотрения в эксплуатации применительно к соленым водам.

Заслуживают внимания варианты основных (базовых) сплавов 304 и 316, которые были разработаны с целью уменьшения подверженности «межкристаллитной коррозии», которая может протекать при повышенных температурах в зонах сварных соединений и некоторых литых компонентах. Хотя эта проблема существует не для всех типов воды, целесообразно рассмотреть те технические характеристики сплавов из нержавеющей стали, которые обладают повышенной стойкостью к межкристаллитной коррозии. Требуемая для этого химическая модификация базисных сплавов 304 или 316 заключается

Таблица 13.3. Некоторые промышленные марки нержавеющих сталей

Производитель	UNS	Другие обозначения или торговые марки	Номинальное содержание			
			Cr	Ni	Mo	Другие
Аустенитные нержавеющие стали						
Общеизвестная	S30400	AISI 304,W.Nr.1.4301	19	9		
Общеизвестная	S31600	AISI 316,W.Nr.1.4401 AFNOR 26CND 17-11	17	12	2,5	
Европейская	S31726	W.Nr.1.4439	17	13	4,5	N
Европейская	NO8904	W.Nr.1.4539	20	25	4,5	Cu
VDM	NO8925	W.Nr.1.4529	20	25	6	Cu, N
Avesta-Sheffield	S31254	W.Nr.1.4547	20	18	6	Cu, N
VEW		VEW963	17	16	6	Cu, N
Ugine		NSCD	18	16	5,5	Cu
Общеизвестная	S31726	W.Nr.1.4439	17	14	4	N
Allegheny	NO8367	AL-6XN	21	24	6	N
Carpenter		20Mo-6	24	22	7	Cu, N
Avesta-Sheffield	S326554	W.Nr.1.4652	24	22	7	Cu, N
Ферритные нержавеющие стали						
TEW		W.Nr.1.4575	28	4	2,5	Nb
Trent/Crucible	S44660	Seacure	27,5	1,2	3,5	Ti
Allegheny	S44735	29-4C	29	0,5	4	Ti
Аустенитно-ферритные нержавеющие стали						
Европейская	S31803	W.Nr.1.4462	22	5	3	N
Sandvik	S32750	SAF 2507	25	7	4	N
Langley	S32550	Ferralium	25	6	3	Cu, N
Weir Materials	S322760	W.Nr/1/4501, Zeron 100	25	7	3,5	Cu ,N,

Примечание: AISI и UNS являются американскими маркировками, W. Nr. – немецкая маркировка, AFNOR – французский стандарт.

либо в снижении содержания углерода, как, например, в сталях 304L (UNS S30403) и 316L (UNS S31603), которые содержат максимум 0,03% углерода, либо в изменении состава, как это сделано в так называемых «стабилизированных нержавеющих сталях», содержащих максимально либо 0,7% титана, либо 1,1% ниобия.

Финишная обработка поверхности нержавеющей стали Как описывалось выше, коррозионная стойкость нержавеющих сталей обусловлена пассивирующим воздействием обогащенной окисью хрома пленки, которая образуется самопроизвольно на воздухе или еще быстрее в воде. Любое повреждение пассивирующей пленки совершенно очевидно приводит к коррозии. Это может проявляться в виде локальных раковин или более обширных пятен (изменений цвета) – часто похожих на продукты коррозии железа (так

называемый «феномен крокуса»). В системах чистой воды общие потери металла из-за этого явления фактически не вызывают серьезных проблем, связанных с повреждениями или выходом из строя элементов систем трубопроводов, но процесс такой коррозии может стать недопустимым источником загрязнений конечного фармацевтического продукта или электронного устройства. Производственные процессы могут вносить свой вклад в аналогичные коррозионные проблемы как за счет нарушения или повреждения пассивирующей пленки, так и за счет других поверхностных воздействий и повреждений. К таким проблемам относятся:

- Глубокие царапины, вдоль которых во время эксплуатации может развиваться коррозия;
- Вкрапленные частицы железа, появляющиеся при использовании стальных проволочных щеток. Эти частицы впоследствии сами будут подвергаться коррозии и инициировать коррозию лежащего ниже слоя нержавеющей стали;
- Накопление и пришлифовка (вкрапление в металл) абразивных включений (обломков, осколков);
- Сварка, которая может оставить окалину от электродов, следы воздействия дуги (кратеры), брызги от сварки, цвета побежалости – все это может стать причиной повреждения защитной пленки и возникновения дефектов в виде трещин;
- Наличие органических загрязнений, таких как жир, масло, следы маркировки краской или мелом, а также липкая лента могут способствовать возникновению питтинговой или щелевой коррозии.

Изложенное выше указывает на то, что процедуры послемонтажной очистки должны являться частью надлежащей производственной практики. И в качестве меры предосторожности покупателю следует включать этот пункт в контракт. Возможные методы очистки обсуждаются ниже.

(a) *Обезжиривание.* Оно способствует удалению органических загрязнений, которые могут ускорять коррозию не только сами по себе, но и уменьшать эффективность очистки травлением. Обезжиривание с помощью растворителей, не содержащих хлор, очень важно, поскольку любой остаток хлора может стать причиной возникновения щелевой коррозии или усиливать коррозионное растрескивание.

(b) *Травление.* Эта операция очень эффективна для удаления вкрапленного железа и других металлических загрязнений. Травление проводится посредством погружения в смесь азотной и фтористоводородной кислот (обычно используется 10%-ная азотная кислота и 2%-ная фтористоводородная кислота). Небольшие изделия лучше травятся погружением в ванну при температуре 50°С. Смонтированные трубопроводы или резервуары (контейнеры) можно травить циркуляцией раствора кислоты или локально, путем использования пасты, включающей смесь азотной и фтористоводородной кислот, наносимой с помощью окрасочных валиков или найлоновых кистей. Сразу после травления целесообразно провести промывку чистой водой путем погружения или полоскания. В противном случае может начаться коррозия.

(c) *Механическая очистка.* Если такой метод применяется взамен травления (посредством обдувки абразивным порошком, песком, стеклянными шариками или обработкой шлифованием), то можно получить неудовлетворительный результат, который выражается в получении неровной поверхности с грубым профилем, внедрении

загрязнений или перегреве. Чтобы удалить такие поверхностные дефекты, механически очищенная поверхность может быть подвергнута электрополировке.

(d) *Электрополировка.* Этот термин означает процесс, при котором поверхность подвергается электрохимическому полированию. При этом компонент системы трубопроводов, подвергнутый электрополировке, делают анодом в электрохимической ячейке постоянного тока и выбирают соответствующий электролит (обычно фосфорную кислоту) и условия подачи напряжения/тока таким образом, чтобы операция электрополировки поверхности изделия проводилась под тщательным контролем. Если операцию выполнять при оптимальных условиях, то электрополировка позволяет достичь удовлетворительной отделки поверхности, в процессе которой многие типы загрязнений поверхности (если они присутствовали) будут удалены или растворены.

(e) *Пассивация.* Обычно эта операция выполняется как конечная обработка, традиционно с помощью азотной кислоты (обычно 20%-ной и подогретой). Цель этой операции состоит в том, чтобы упрочнить (утолщить) защитную пленку, обогащенную хромом, и, следовательно, повысить коррозионную стойкость нержавеющей стали. Эта операция является неэффективной для удаления поверхностных загрязнений, но она очень полезна для поверхностей, подвергнутых механической обработке. Пассивация иногда предусматривается после травления, но, пожалуй, не является необходимой, поскольку травленая поверхность уже является пассивированной.

Другие металлические материалы

Существуют материалы для трубопроводов с коррозионной стойкостью даже большей, чем у нержавеющей стали. Примерами таких материалов являются промышленный титан и сплавы на основе никеля, содержащие хлор, например, Inconel 600 (76Ni/15Cr/8Fe) и Hastelloy X (22Cr/18Fe/9Mo/1,5Co/0,6W/Balance Ni). Тем не менее, лучшая коррозионная стойкость этих материалов является достижимой только при значительных дополнительных затратах, которые вообще не оправданы для применений в случаях, обсуждаемых здесь.

ПОЛИМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ТРУБОПРОВОДОВ

Общие положения

Непрерывная разработка новых полимерных материалов, продолжавшаяся в последние несколько десятилетий, продемонстрировала, что чрезвычайно широкий круг «пластиков» может использоваться в качестве материалов для трубопроводов. Все эти полимерные материалы состоят из гигантских молекул с каркасом на основе атомов углерода и водорода, но часто содержат и атомы других элементов, которые, будучи встроенными в полимерную цепочку, способны придавать веществам исключительные свойства. Полимеры часто подразделяют на два класса – термопластичные (или термопласты) и термореактивные (или термореактопласты).

Термопластичные полимеры состоят из линейных молекул с сильными внутримолекулярными связями, но слабым межмолекулярным взаимодействием. Это обусловливает относительно низкую прочность материалов на их основе, но их низкая стоимость и способность к пластическим деформациям предоставляет очень широкие возможности для легкой переработки путем экструзии в формовые изделия, например трубы.

Термореактивные полимеры обладают более разветвленной в пространстве трехмерной структурой, которая обусловлена либо более разветвленной структурой индивидуальных молекул, либо введением поперечных сшивок в линейную структуру последних. Оба пути модификации полимеров дают возможность увеличить их прочность, которая еще более возрастает при умеренной термообработке. Следовательно, термореактивные полимеры являются более подходящими для изготовления опорно-несущих элементов, чем термопластичные, однако обычно их гораздо труднее обрабатывать.

Большинство полимеров, используемых для изготовления труб, являются термопластами, но некоторые соединительные детали и клапаны могут изготавливаться из термореактопластов.

Одной из отличительных черт полимерных материалов является присущая им высокая устойчивость к коррозии (или «деструкции») – этим термином обычно пользуются при обсуждении устойчивости полимеров ко многим водным растворам слабых кислот, оснований и солей. Тем не менее, следует особо подчеркнуть, что опасно слишком полагаться на эту общую характеристику. Полимеры довольно часто подвергаются деструкции, хотя механизмы этих процессов отличны от механизмов, связанных с коррозией металлических материалов.

Некоторые процессы деструкции полимеров могут протекать чрезвычайно быстро, приводя к значительным разрушениям изделия. Такие механизмы могут включать: (a) непосредственное быстрое и сильное ***химическое воздействие*** на полимер, вызывающее деструкцию длинных цепей молекул и приводящее к разрыву последних на цепочки коротких сегментов, или (b) ***процессы воздействия растворителя***, в котором молекулы полимера легко растворяются. Примером таких химически агрессивных веществ, которые могут стать причиной быстрого разрушения полимеров, являются кислоты с высокой окисляющей способностью. В исследовании, предпринятом автором, полное разрушение полимера, армированного стекловолокном, происходило менее чем за один час при погружении в дымящую азотную кислоту. Другим примером является эффект быстрого растворения поливинилхлорида под действием некоторых органических реагентов, например, ацетона или трихлорэтилена. Очевидно, что устойчивость к воздействию таких агрессивных веществ и растворителей сильно зависит от типа полимера; этот вопрос будет обсуждаться в этой главе ниже.

Другие процессы деструкции полимеров по своей природе являются длительными. Одним из таких процессов является «гидролиз», который заключается в разрушении полимерной цепочки под действием ионов $(OH)^-$ из окружающей среды. Примером, хорошо иллюстрирующим это явление, является окисление ацетата целлюлозы мембран обратного осмоса при значениях pH, превышающих 7. Другой механизм деструкции – это «пластификация» и «растрескивание под действием внешних факторов». Первый из них вызывает постепенное размягчение материала, а последний подобен растрескиванию металлов под нагрузкой, хотя может также включать и процессы усталости. Похоже, что механизм растрескивания под нагрузкой заключается в разрушении межмолекулярных связей без размягчения материала. Представленный пример иллюстрирует воздействие NaOH на поливинилиденфторид (см. далее). Хорошо известно, что характеристики усталости металлических материалов в значительной степени зависят от окружающей среды, и то же самое можно сказать о полимерах. Таким образом, явно обнаруживается недостаток исходных данных для проектирования из термопластов трубопроводов, эксплуатируемых под нагрузкой.

В связи с этим тщательная оценка химической стойкости любого полимерного материала так же важна, как и при выборе металлических материалов. В этом отношении данные производителя о химической стойкости, хотя и кажутся всеобъемлющими по охвату возможных вариантов воздействия химически агрессивных сред, не всегда могут быть достоверными, поскольку они являются результатом испытаний в очень специфических условиях. Такого рода информацией производителя следует пользоваться только в качестве ориентировочного руководства, а далее необходимо очень внимательно оценить любой материал, предназначенный для практического применения в предполагаемых условиях эксплуатации до того, как его утвердят к использованию. Это особенно оправдано в отношении поведения полимерных изделий под нагрузкой.

Другое проявление полимерной деструкции заключается в возможности загрязнения высокоочищенной воды органическими компонентами, которые могут оказаться весьма трудно определяемы аналитическими методами.

Очевидно, что характеристиками полимеров, ограничивающими их применение в сравнении с большинством металлов, являются низкая механическая прочность и низкая термостойкость. Поскольку определение точки плавления полимеров может оказаться весьма сложным, то лучшим показателем термической стабильности материалов, принадлежащих к этому классу, является их способность противостоять нагрузкам при повышенных температурах. Для оценки этого свойства часто используется понятие «термической деформации», которая определяется температурой, при которой происходит заметная деформация в центрально нагруженном образце. Температуры термической деформации некоторых полимеров представлены в табл. 13.4.

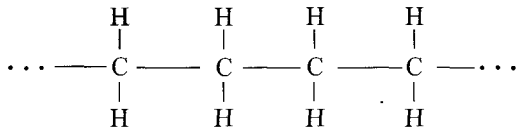
Таблица 13.4. Температуры термической деформации некоторых полимеров при нагрузке 1,8 Н/мм (подробные характеристики полимеров приведены в следующем разделе)

Полиэтилен низкой плотности (ПЭНП)	40°C	Поливинилиденфторид (ПВДФ)	113°C
Полиэтилен сверхвысокой молекулярной массы	43°C	Сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами	48°C
Полипропилен (ПП)	49°C	Сополимер хлорэтилена с трифторэтиленом	77°C
Поливинилхлорид (ПВХ)	60°C	Сополимер тетрафторэтилена с гексафторпропиленом	45°C
Политетрафторэтилен (ПТФЭ)	56°C	Сополимер тетрафторэтилена с этиленом	74°C

Некоторые полимерные материалы для трубопроводов

Ниже описываются некоторые полимерные материалы, хорошо зарекомендовавшие себя для изготовления различных изделий и элементов трубопроводов, в том числе и для монтажа трубопроводов воды широкого спектра назначения. Как и некоторые другие полимеры (фторполимеры), они слишком дороги для использования в обычных водопроводных сетях, но привлекательны для применения в целях, рассматриваемых в этой главе.

Полиэтилен (ПЭ) – Polyethylene (PE) Это один из наиболее доступных полимеров, схематично представленный ниже и состоящий из линейных молекул, в состав которых входят атомы углерода и водорода:



Этот материал очень широко используется в промышленности для систем распределения воды и газов, особенно там, где не требуются высокие нагрузки, т. е. отсутствуют высокие давления и/или не используются трубы большого диаметра.

Контролируя условия процесса полимеризации, можно получать ПЭ с различной плотностью – в интервале от 0,91 г/см^3 (полиэтилен низкой плотности – low density polyethylene) до 0,96 г/см^3 (полиэтилен высокой плотности – high density polyethylene). По мере увеличения плотности увеличиваются такие показатели, как точка размягчения, прочность при разрыве, абразивная стойкость и общая стойкость к химическим реагентам при комнатных температурах, при этом уменьшается водопроницаемость.

Соединения полиэтиленовых труб между собой и труб с фитингами можно выполнять путем термического сплавления, в процессе которого концы труб и/или патрубки фитингов, предварительно нагретые, с усилием соединяются вместе.

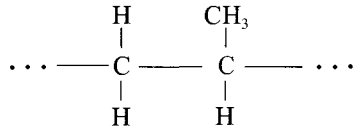
Особым типом ПЭ является ПЭ сверхвысокомолекулярный (ultra-high-molecular-weight polyethylene). Он имеет очень длинные молекулярные цепи и молекулярную массу свыше трех миллионов (по сравнению с молекулярной массой порядка 500 000 для марок обычного ПЭ, описанного выше). Такая структура экстремально длинных цепей придает материалу очень высокую химическую инертность, включая чрезвычайную устойчивость к растрескиванию под нагрузкой, и значительно улучшенные механические свойства материала (например, бóльшую ударную прочность). Тем не менее, ПЭ сверхвысокомолекулярный не обладает такими же термопластичными свойствами, как ПЭ обычных марок, и технические изделия из него по свойствам более похожи на изделия из термореактопластов, изготовленных методом поршневой экструзии, литьем под давлением и финишной механической обработкой.

Все марки ПЭ чрезвычайно чувствительны к действию ультрафиолетового (УФ) излучения, например, солнечного света, под действием которого происходит деструкция полимера. Поэтому в ПЭ могут вводиться стабилизаторы ультрафиолета (например, углерод); другим вариантом, ограничивающим или исключающим воздействие на полимер УФ-излучения, является его защита покрытиями, поглощающими это излучение. Такие покрытия должны разбавляться водой и не содержать растворителей, поскольку некоторые типы органических растворителей могут разрушать полимер.

Полипропилен (ПП) – Polypropylene (PP) Это другой широко используемый для трубопроводов материал. Его структура, показанная ниже, содержит боковые метильные группы, которые придают жесткость длинным молекулярным цепочкам и сообщают материалу на его основе бóльшую твердость по сравнению с ПЭ.

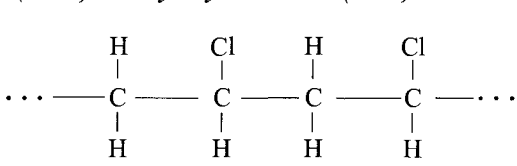
ПП имеет хорошую абразивную стойкость и более пригоден для применения при повышенных температурах, чем ПЭ. Его используют в трубопроводах, эксплуатирую-

щихся при температурах до 70°С. Подобно полиэтилену, полипропилен можно соединять сплавлением (методами тепловой сварки).



ПП имеет примерно одинаковую химическую стойкость с ПЭ (хорошее соответствие их свойств проявляется при комнатных температурах), но он менее подвержен разрушению под действием природной окружающей среды. ПП имеет хорошую устойчивость к воздействию щелочей, некоторых кислот и органических растворителей, но уязвим в среде кислот с сильным окисляющим эффектом (например, дымящей азотной кислоты), низкомолекулярных углеводородов и, опять-таки, подобно ПЭ, является чувствительным к деструкции под действием ультрафиолетового излучения в отсутствие стабилизаторов. Он также окисляется в присутствии озона.

Поливинилхлорид (ПВХ) – Polyvinyl Chloride (PVC)



Это другой термопласт, подобный ПЭ, с длинной полимерной цепью, но имеющий в своей структуре атомы хлора вместо атомов водорода, которые замещают последний в определенной пропорции.

ПВХ может быть жестким или эластичным, в зависимости от состава композиции (т. е. содержать или не содержать пластификаторы).

Поливинилхлорид (ПВХ) жесткий (непластифицированный). Он не содержит пластификаторов, имеет хорошее сочетание свойств, включая высокую абразивную устойчивость и стойкость к ударным нагрузкам, более прочный и жесткий, чем ПЭ (см. таблицу 13.1) и, соответственно, используется для трубопроводов большего диаметра и более высоких давлений по сравнению с полиэтиленом. Что касается химических свойств, то жесткий ПВХ обладает хорошей стойкостью в пределах до температуры порядка 60°С во многих растворах солей, спиртов и кислот, исключая воздействие сильных кислот, таких как концентрированная HNO_3.

Пластифицированный ПВХ. Свойства этой разновидности ПВХ прямо зависят от количества пластификатора; при высоких концентрациях последнего получается мягкий материал с хорошей эластичностью и текучестью, но при этом снижается химическая стойкость.

Для трубопроводов обычно применяется непластифицированный ПВХ, который, вероятно, является наиболее широко используемым для этих целей полимером. Трубы из непластифицированного ПВХ изготавливаются методом экструзии смеси, состоящей в основном их ПВХ с добавками стабилизаторов, пигментов и других компонентов. Они

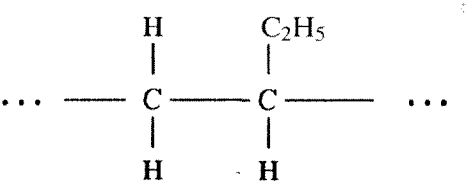
могут легко соединяться посредством клеев на основе растворителей, с помощью сварки, резьбовых или разбортованных соединений. Этот материал становится хрупким при температуре ниже 5°С и чувствителен к поверхностному окислению и мелению[1] под воздействием УФ-излучения.

Хлорированный ПВХ. Это другой тип ПВХ, в котором содержится повышенное количество хлора (от 55% до примерно 65%) за счет дополнительной обработки хлором, что позволяет использовать этот тип материала при повышенной температуре (на 10–20°С выше, чем непластифицированный ПВХ при одинаковых давлениях и скоростях потоков), а также придает ему повышенную химическую стойкость.

Акрилонитрилбутадиенстирол – Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS) Этот материал получен на основе полистирола, бутадиена и акрилонитрила. Преимущество получения сополимеров на основе этих материалов состоит в том, что свойства производимого материала можно оптимизировать, так как они зависят от соотношения исходных компонентов. В случае акрилонитрилбутадиенстирола стирол обеспечивает легкость переработки, акрилонитрил придает химическую стойкость и жесткость, а бутадиен – сопротивление ударным нагрузкам. В самом деле, последнее в этом ряду качество, особенно характерное для акрилонитрилбутадиенстирола – хорошая ударная прочность, которая сохраняется при отрицательных температурах (до – 40°С) и дает возможность использовать этот материал для трубопроводов, эксплуатируемых при низких температурах. Для акрилонитрилбутадиенстирола характерна хорошая стойкость к абразивным воздействиям, химическая стойкость и отсутствие токсичности. Тем не менее, акрилонитрилбутадиенстирол разрушается под действием сильных кислот и подвержен незначительному разрушению под действием длительного УФ-излучения.

Трубы из акрилонитрилбутадиенстирола легко соединяются методом холодной сварки (с использованием клеев на основе растворителя, предварительно наносимых кистью на трубу или фитинг, и последующего соединения элементов) или методом газовой сварки (с использованием инертного газа и присадочного прутка).

Полибутадиен – Polybutylene (PB) Этот полукристаллический термопласт получают полимеризацией бутилена (C_4H_8):



Комплекс его свойств, а именно, хорошие механические свойства, химическая стойкость, подобная ПЭ и ПП, а также повышенная стойкость к действию УФ-излучения, термическая стабильность, пригодность к сварке методами плавления, делает его привлекательным материалом для систем трубопроводов. Особенно полибутадиен привле-

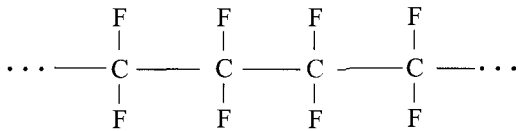
[1] Меление – миграция пигмента на поверхность *(Прим. ред.)*.

кателен для монтажа трубопроводов горячей воды, поскольку он имеет относительно высокий верхний температурный предел эксплуатации (70°С для длительной эксплуатации и 85°С для кратковременного использования). Такое длительное сохранение эксплуатационных характеристик при повышенных температурах и давлении делает его похожим на хлорированный ПВХ.

Фторполимеры Это группа полимеров, в которой атомы фтора замещают атомы водорода в полимерной цепи. Фтор является самым сильным электроотрицательным элементом среди галогенов и поэтому образует наиболее прочную связь с атомом углерода (намного прочнее, чем связь углерода с водородом в других полимерах), которая ответственна за чрезвычайно инертные свойства всего класса фторполимеров. Свойствами, отличающими фторполимеры от других полимеров и делающих их предпочтительными, являются отсутствие боковых ответвлений и относительно высокая степень кристалличности. В табл. 13.5 представлен перечень торговых марок фторполимеров, выпускаемых промышленностью.

Некоторые фторполимеры полностью фторированы и обладают очень высокой термической и химической стойкостью, превышающей аналогичные свойства частично фторированных полимеров. Последние из двух названных типов полимеров содержат некоторое количество атомов водорода, в присутствии которых возрастают силы межмолекулярного взаимодействия между отдельными длинноцепными молекулами, что повышает механические свойства полимера при комнатной температуре по сравнению с полностью фторированными аналогами.

Политетрафторэтилен (ПТФЭ) Это полностью фторированный полимер:



Хотя ПТФЭ обладает относительно низкой прочностью (см. табл. 13.1), он: (a) – имеет чрезвычайно низкий коэффициент трения, (b) – имеет исключительно высокую термостойкость, превышающую термостойкость практически любого другого промышленного полимера и (c) – является химически инертным к предельно широкому ассортименту химических веществ, включая агрессивные кислоты, например, HCl, HNO_3 и H_2SO_4 (некоторое исключение составляют щелочные металлы, треххлористые и трехфтористые соединения, а также газообразный фтор при повышенных температурах и давлении). ПТФЭ обладает значительно более высокой стойкостью к воздействию широкого спектра как неорганических, так и органических веществ, превышающей химическую стойкость любого упомянутого выше полимера. Он широко применяется как для бытовых и хозяйственных нужд, так и в промышленности. Тем не менее, высокая стоимость ПТФЭ ограничивает его применение только трубопроводами для транспортировки жидкостей высокого качества, например, конечного продукта в системе подготовки сверхчистой воды.

Хотя этот полимер является термопластом, он не может подвергаться обработке традиционными методами плавления, например, обычной экструзией или инжекционным литьем. Общепринятым методом его переработки является сжатие под давлением и спекание композиции (примерно при 330°С), залитой либо в конечную форму, либо

Таблица 13.5. Торговые марки промышленных фторполимеров

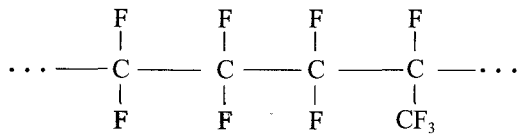
Полимер	Торговое наименование	Производитель
Политетрафторэтилен (PTFE)	Teflon	Dupont (США, Голландия, Япония)
Политетрафторэтилен (PTFE)	Halon	Allied (США)
Политетрафторэтилен (PTFE)	Fluon I	ICI (Великобритания, США)
Политетрафторэтилен (PTFE)	Hostalflon	Hoechst (Восточная Германия)
Политетрафторэтилен (PTFE)	Polyflon	Daikin (Япония)
Политетрафторэтилен (PTFE)	Algoflon	Montedison (Италия)
Политетрафторэтилен (PTFE)	Soriflon	Ugine Kuhlman (Франция)
Сополимер тетрафторэтилена с гексафторпропиленом (FEP)	Neoflon	Daikin (Япония)
Сополимер тетрафторэтилена с гексафторпропиленом (FEP)	Teflon	Dupont (США, Голландия, Япония)
Сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилвиниловыми эфирами (PFA)	Neoflon	Daikin (Япония)
Сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилвиниловыми эфирами (PFA)	Teflon	Dupont (США, Голландия, Япония)
Поливинилиденфторид (PVDF)	Kynar	Pennwell (США)
Поливинилиденфторид (PVDF)	Atochem	Foraflon (США)
Поливинилиденфторид (PVDF)	Solef	Solvay (Бельгия)
Хлортрифторэтилен (CTFE)	Kel-F	3M (США)
Хлортрифторэтилен (CTFE)	Diaflon	Daikin (Япония)
Этилен-хлортрифторэтилен (ECTFE)	Halar	Ausimont (США)

Примечание. Как следует из таблицы, некоторые компании используют одни и те же торговые наименования для различных материалов.

в форму, предназначенную для механической обработки. Стержни, трубки и другие длинные изделия можно изготовить экструзией под давлением из гранулированной смеси.

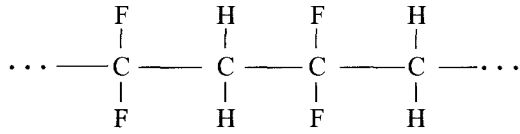
Все эти процессы технически весьма затруднительны, и, несмотря на превосходные свойства ПТФЭ (перечисленные выше), необходимость в разработке фторполимеров, способных перерабатываться в расплаве, существует.

Сополимер тетрафторэтилена с гексафторпропиленом. Этот полимер представляет собой полностью фторированный термопласт с несколькими боковыми группами CF_3 (они располагаются подобно группам CH_3 в полипропилене). Он был разработан с целью придать материалу свойства, подобные ПТФЭ, и при этом сделать способ его получения более легким. Однако понижение затрат на переработку сополимера тетрафторэтилена с гексафторпропиленом не оправдывает себя из-за высоких цен на исходное сырье.



Обычно сополимер тетрафторэтилена с гексафторэтиленом обладает свойствами, аналогичными ПТФЭ, однако последний более теплостоек. К тому же сополимер тетрафторэтилена с гексафторэтиленом имеет более низкую прочность при растяжении.

Поливинилиденфторид (ПВДФ). Это другой термопластичный фторполимер, структура которого подобна структуре ПТФЭ, и который конкурирует с последним в системах транспортировки высокочистой воды. Тем не менее, ПВДФ не является полностью фторированным.



ПВДФ – это еще один материал с экстремально высокой стойкостью ко многим химическим реагентам (включая большинство неорганических кислот), устойчивый к действию УФ-излучения, но незначительно уступающий ПТФЭ по стойкости к воздействию некоторых агрессивных веществ (поскольку он не полностью фторирован). Примерами химических веществ, к которым не устойчив ПВДФ, являются концентрированные горячие щелочи, дымящие кислоты, хлор в момент образования и хлорированные углеводороды.

ПВДФ имеет хорошую стойкость к ударным нагрузкам при низких температурах, хорошую стойкостью к истиранию и не токсичен. Он обладает высокой прочностью при разрыве и высокой температурой упругой деформации.

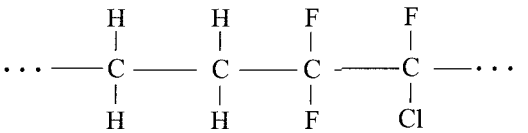
Соединения труб и фитингов из ПВДФ выполняются методами плавления, аналогичными методам, используемым для соединения изделий из ПЭ. Другие методы соединения осуществляются посредством сварки (с применением присадочного прутка и методов, подобных методам сварки непластифицированного ПВХ), а для труб из ПВДФ малого диаметра (до 12 мм в наружном диаметре) используются прижимные фитинги.

В добавление к сказанному отметим, что модифицированный сополимер на основе ПВДФ обладает более низким модулем упругости при изгибе и считается, что он пригоден для гибких трубопроводов.

Сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами является сополимером на основе линейных молекул ПВДФ, которому таким образом придаются многие свойства, присущие последнему, включая исключительную химическую инертность. При этом облегчается его переработка, например экструзией. Сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами, как уже отмечалось, обладает едва ли не универсальной химической стойкостью при нормальной температуре окружающей среды в сочетании с высокой устойчивостью к растрескиванию под воздействием внешней среды. При высоких температурах он чувствителен к воздействию некоторых внешних факторов, например, жидких щелочных металлов, фтора и некоторых галогенсодержащих соединений. Помимо экструзии, сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами поддается переработке с помощью инжекционного литья, соединению с помощью сварки и формованию при нагреве. Хотя сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами обычно эксплуатируется при температурах до 250°С, он обладает более низкой прочностью при обычной температу-

ре окружающей среды по сравнению с другими фторполимерами. Действительно, температура его тепловой деформации самая низкая из всех типов фторполимеров. Так, для использования в системах трубопроводов горячей воды он требует упрочнения или применения трубопроводов с относительно толстыми стенками. Он также существенно дороже, чем ПТФЭ и ПВДФ.

Этилен-хлортрифторэтилен. Этот термопластичный полимер содержит в своем составе фтор и хлор:



Имея высокую точку плавления (240°С) и обычно кристалличность порядка 50%, этиден-хлортрифторэтилен обладает хорошей комбинацией свойств с высокой механической и термической стабильностью при температурах эксплуатации до 135–150°С и, подобно фторполимерам, стойкостью к широкому спектру химических соединений. Он обладает относительно высокой ударной прочностью и, как принято считать, менее хрупок при механической обработке и при других возможных поверхностных воздействиях. Его синтезируют традиционными методами получения термопластов и применяют для футеровки емкостей хранения высокочистой воды.

Этилен-тетрафторэтилен. За исключением ПВДФ этот полимер обладает наибольшей прочностью при разрыве среди всех фторполимеров, но имеет гораздо более низкую химическую стойкость по сравнению с ПТФЭ.

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ ПРОЕКТИРОВАНИЯ ТРУБОПРОВОДОВ ИЗ ПОЛИМЕРОВ

Весьма различные механические и физические свойства полимеров (и особенно термопластичных материалов, используемых для трубопроводов) в сравнении с металлами представляют определенные трудности для проектирования систем пластиковых трубопроводов. Двумя такими характерными свойствами, обсуждающимися ниже, являются относительно высокий коэффициент теплового расширения и низкая прочность (особенно жесткость).

Эффекты теплового расширения

Как видно из данных, представленных в табл. 13.6, коэффициенты теплового расширения полимеров, рассматриваемых здесь, превышают коэффициенты теплового расширения металлов более чем в пять раз.

Это свойство полимеров при изменении температурных условий может привести к значительно бóльшему растяжению/сжатию изготовленных из них трубопроводов по сравнению с системами трубопроводов из металлов (хотя низкая теплопроводность полимеров может в какой-то мере уменьшить эффект при увеличении температуры внешней среды или жидкости внутри трубопровода). Вероятно, лучшим способом

компенсации влияния эффектов расширения/сжатия трубопроводов из полимерных материалов является проектирование линий с регулярной сменой направлений (т. е. с изгибами). Если это условие не соблюдается, то на длинных участках трубопроводов можно использовать петлевые трубные компенсаторы, а в качестве крайнего средства – расширительные сильфоны.

Таблица 13.6. Коэффициенты теплового расширения (10^{-6}/K) при комнатной температуре

Полимеры		Металлические материалы	
Акрилонитрилбутадиенстирол	60 – 100	Углеродистая сталь	12
Поливинлхлорид непластифицированный	70	Медь и Cu/Ni сплавы	12 – 17
Политетрафторэтилен и сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилвиниловыми эфирами	100 – 160	Нержавеющая сталь марки 304 и 316	16 – 17
Полипропилен	110		
Поливинилиденфторид	120 – 180		
Полиэтилен высокой плотности	125		
Полиэтилен низкой плотности	180		

Влияние прочности и жесткости

Следствием низкой прочности полимеров является то, что пластиковые трубы требуют более частой установки опор. Во время проведения монтажа при расстановке опор для тонкостенных труб из ПВХ, акрилонитрилбутадиенстирола и ПВДФ, заполненных водой, следует руководствоваться данными, представленными в табл. 13.7.

Подвесные опоры не могут ограничить поперечное перемещение полимерных труб, поэтому трубопроводы склонны к тренцеванию (перемещению). Более подходящий тип крепления показан на рис. 13.2. Для предотвращения деформации труб устанавливаемые на них тяжелые клапаны, измерительное оборудование и т. п. должны иметь свои

Таблица 13.7. Расстояние между опорами для пластиковых трубопроводов

Расстояние между опорами при 20°C(м)				Расстояние между опорами при 50°C (м)	
Наружный диаметр трубы (мм)	ПВХ непластифицированный	Акрилонитрилбутадиенстирол	ПВДФ	ПВХ непластифицированный	Акрилонитрилбутадиенстирол
12	0,7	0,8		0,3	0,4
25	0,9	1,0	1,0	0,4	0,7
50	1,2	1,2	1,4	0,7	0,8
110	1,8	1,9	2,0	1,2	1,0
225	2,5	2,5		2,0	1,2

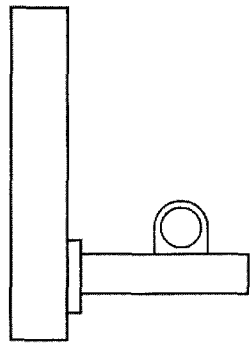


Рис. 13.2. Пример предпочтительной системы опоры для полимерных труб

собственные элементы поддержки. Металлические зажимы, хомуты, кронштейны, опоры и пр. должны иметь закругленные края во избежание повреждений пластиковых трубопроводов.

Полимеры, армированные волокном

Хорошо зарекомендовавший себя и общепризнанный метод, способствующий увеличению жесткости и прочности полимеров, заключается во введении в полимерную матрицу волокон из стекла и/или углерода. Примеры улучшения механических свойств полимеров вследствие добавления в них стекловолокна представлены в табл. 13.8.

Таблица 13.8. Влияние армирования волокном на механические свойства полимеров

Материал	Прочность при растяжении ($Н/мм^2$)	Модуль упругости ($МН/мм^2$)
Акрилонитрилбутадиенстирол не армированный	30 – 50	2
Акрилонитрилбутадиенстирол + 20–40% стекловолокна	60 – 130	4 – 7
Полипропилен не армированный	20 – 38	1,2 – 1,6
Полипропилен + 25% стекловолокна	40 – 60	3,1 – 6,2
Полиэфирная смола не армированная	40 – 90	2,0 – 4,4
Полиэфирная смола, армированная стекловолокном	206 – 344	103 – 310

Существует довольно широкий ассортимент термопластичных материалов и композиций на основе полимерных смол, которые можно армировать таким способом, включая ПВХ непластифицированный и акрилонитрилбутадиенстирол, но наибольшее распространение армирование стекловолокном получило для полиэфиров и эпоксидных смол. В некоторых средах (например, в минеральных кислотах) необходимо защитить стекловолокно от их воздействия с помощью внешнего покрытия на основе чистой смолы. Вполне приемлемые по своим характеристикам полимерные материалы, работающие в диапазоне температур до 150°С и армированные волокном, выпускаются несколькими производителями.

Долговечность полимеров, армированных стекловолокном (иначе стеклопластиков, часто обозначаемых GRP – glass reinforced polymer или FRP – fibres reinforced polymer), очевидно определяется сроком службы самой смолы, на который накладывается дополнительный аспект возможного разрушения стекловолокна и разрушения связей между стекловолокном и полимерной матрицей под действием внешних факторов. Воздействие на сам компонент из стекла обычно принимается во внимание только тогда, когда материал находится в контакте с сильными кислотами. В чистой и соленой воде при обычной температуре окружающей среды и при чуть более высоких температурах (примерно до 50–60°C) армированный стекловолокном полиэфир, эпоксид и сложный виниловый эфир претерпевают некоторое уменьшение прочности, но обычно это изменение прочности носит умеренный характер и происходит в первые несколько месяцев эксплуатации, после чего наблюдается стабилизация прочностных свойств. На вопрос о применении таких материалов при более высоких температурах эксплуатации поставщики компонентов из полимеров, армированных стекловолокном, иногда заявляют об удовлетворительном характере поведения таких материалов при температурах эксплуатации вплоть до 100–150°C. Но к этим заявлениям следует относиться с осторожностью, если речь идет о применении армированного стекловолокном полимера на основе традиционных связующих смол, например, полиэфирных или эпоксидных.

Преимущественное назначение полимеров, армированных стекловолокном, в системах транспортировки чистой воды – это конструкции емкостей – накопителей (хранилищ) больших объемов, в которых обычно применяют изофталатные типы полиэфирных смол, часто футерованных ПВДФ для того, чтобы обеспечить бóльшую инертность в контакте с чистой водой с целью минимизации загрязнений, генерируемых в результате процессов выщелачивания компонентов из стеклопластика.

Некоторые другие аспекты проектирования

Полимерные трубопроводы должны быть расположены таким образом, чтобы свести к минимуму их возможные механические повреждения или неблагоприятные температурные воздействия на них, которые могут возникать, например, в местах непосредственной близости к паропроводам. С этой точки зрения, существенная особенность термопластичных полимеров заключается в том, что их прочность уменьшается с увеличением температуры, а это означает, что, например, допустимые или номинальные значения давления в трубопроводах из таких материалов должны быть снижены для условий эксплуатации при повышенных температурах.

Другой характерной особенностью проявления механических свойств полимеров является так называемая *ползучесть*. Это свойство не является критичным для трубопроводов из металлов, обсуждаемых здесь, разве только за исключением случаев, когда они эксплуатируются при температурах в несколько сотен градусов по Цельсию (что маловероятно в рассматриваемых целях). Однако полимерные материалы, благодаря свойственным им низким температурам плавления, склонны к ползучести, т. е. деформации под нагрузкой при изменении температурных условий их эксплуатации. Поэтому проблемы, связанные с этим явлением, не только возрастают с увеличением температуры эксплуатации трубопроводов, но могут усугубиться и влиянием химической агрессивности среды.

Несмотря на множество применений, в которых полимеры прекрасно себя зарекомендовали, при неправильной эксплуатации они часто более уязвимы, чем металлы.

В особенности это относится к монтажу труб и фитингов, во время которого полимерные элементы могут получить повреждения даже в тех случаях, когда полимер *изначально* обладает хорошей механической и химической стойкостью и подходит для применения в данном случае. Кроме того, полимеры более уязвимы к воздействию пламени, что может создавать серьезные дополнительные проблемы для здоровья персонала во время горения в замкнутом пространстве.

Соединение полимеров

Соединения любых технологических материалов всегда предполагают прочность, долговечность, герметичность и т. д., но в трубопроводах для высокочистой воды существенную роль начинают играть дополнительные требования:

- Материал соединительного шва по своим свойствам должен быть подобен материалу самой трубы, и не должен содержать выщелачиваемых веществ, которые будут загрязнять воду;
- Соединительный шов должен быть гладким и не иметь трещин, чтобы предотвратить образование колоний микроорганизмов, их рост и жизнедеятельность.

Существует целый ряд методов, пригодных для соединения полимерных труб и других компонентов: склеивание при помощи растворения, резьбовое соединение, механическое соединение с помощью зажима, сварка встык и оплавляемая муфта. С подробностями этих процессов можно легко ознакомиться в общетехнической литературе, и здесь они не будут обсуждаться. Вместо этого будут сделаны комментарии, касающиеся приемлемости применения этих методов к системам транспортировки высокочистой воды.

Первые три процесса из перечисленных выше являются сомнительными в отношении количества потенциально вносимых загрязнений (например, присутствие веществ клеящего материала, применяемого в первом методе, смазочных и герметизирующих добавок, используемых во втором методе, и материала прокладок, используемых в третьем методе). Кроме того, механическое крепление может стать причиной возникновения мелких трещин. Сварка встык и соединение с помощью оплавляемой муфты являются довольно схожими процессами, их различие состоит лишь в том, что в первом из них тепло подводится к поверхностям соединяемых концов труб, тогда как во втором тепло подводится к зоне размещения оплавляемой муфты. Оба этих процесса протекают без внедрения других материалов и поэтому не являются потенциально опасными с точки зрения выщелачивания, но считается, что они не оставляют после себя поверхность, полностью лишенную трещин, например, при сварке встык возможно образование внутреннего валика в месте сварного шва.

Разновидностью сварки встык является способ, в котором используется внутренний эластичный пневматический баллон, размещаемый в области сварного шва; его функция заключается в сохранении центровки и выравнивания внутренней поверхности соединительного шва во время воздействия тепла от внешнего нагревательного устройства с целью получения шва без трещин и наплывов.

СТОИМОСТЬ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ТРУБОПРОВОДОВ

В табл. 13.9 представлено несколько сравнительных цен на единицу длины для труб (при этом 48-мм труба из углеродистой стали взята в качестве эталона сравнения), сделан-

ных из большинства материалов, которые детально обсуждались выше. Эти данные основаны на ценах, полученных в Великобритании из прайс-листов или на основании запросов. Однако необходимо принять во внимание, что этот пример приведен исключительно с целью демонстрации сравнительных цен на различные материалы. Поэтому к этим цифрам следует относиться с осторожностью, так как они имеют особенность значительно меняться не только время от времени, но и в зависимости от поставщиков. При этом каждая цена взята только из одного источника. Хотя данные относятся к двум размерам труб, главным образом с наружным диаметром 50 и 110 мм, из перечня видно, что существуют некоторые отклонения в точных значениях размеров или других параметров, относящихся к различным материалам.

Несмотря на это, материалы для труб можно разделить по их стоимости на несколько общих явно выраженных групп:

1. Углеродистая сталь без покрытия представляет собой наименее привлекательный вариант для выбора, и даже ее низкая цена не дает ей преимущества, если не обес-

Таблица 13.9. Стоимость материалов для труб

Материал	Наружный диаметр, (мм)	Толщина стенки, (мм)	Номинальный режим работы (бар)	Относительная стоимость 1 пог. м	Наружный диаметр, (мм)	Толщина стенки, (мм)	Номинальный режим работы (бар)	Относительная стоимость 1 пог. м
Полиэтилен высокой плотности	50	4,6	10	1,15	110	10,0	10	5,03
Полипропилен	50	4,6	10	1,58	110	10,0	10	7,27
Поливинилхлорид непластифицированный	50	3,7	16	1,42	110	8,2	10	6,79
Акрилонитрилбутадиенстирол	50		15	1,88	110 110		9 15	5,97 7,67
Хлорированный поливинилхлорид	50	3,7		3,32	110	8,2		17,09
Полибутадиен	50	4,6		3,60	110	10,0		14,10
Поливинилиденфторид	50	3,0	16	12,55	110 110	3,4 5,3	10 16	33,93 49,70
Политетрафторэтилен	50	4,0		23,21	110	5,0		38,67
Углеродистая сталь*)	48	3,25		1,00	114	4,5		3,94
То же, гальванизированная	48	3,25		1,46	114	4,5		5,53
Медь	54	1,2	27	5,16	108	1,5	17	15,09
90Cu/10Ni/Fe	57	1,5	14	7,45	108	2,5	14	27,15
Нержавеющая сталь 316L**)	48	1,65		9,39	114	2,1		29,09

Примечания: Все цены приведены для труб длиной 5 или 6 м.

*) BS 1387 содержит максимально 0,20% C и максимально 1,2% Mn.

**) Стоимость сварной трубы из нержавеющей стали 316L составляет около 36% от стоимости бесшовной трубы.

печивается какая-либо антикоррозионная защита этого материала, например, посредством гальванических покрытий. Обратите внимание, что внутреннее покрытие, будь то окрашивание или гуммирование, будет более дорогим, чем гальванические покрытия для рассматриваемых здесь труб малого диаметра.

2. Одна группа полимеров (ПЭ, ПП, непластифицированный ПВХ и акрилонитрилбутадиенстирол) является относительно дешевой, в то время как фторполимеры, например, ПВДФ и ПТФЭ дороже примерно на порядок. Заметьте, что хотя цены для сополимера ПТФЭ с перфтоаликилперфторвиниловыми эфирами отсутствуют, трубы, выполненные из этого материала, являются фактически более дорогими, чем трубы, изготовленные из ПВДФ.
3. Цены на другие металлические материалы, перечисленные в этом списке, занимают диапазон между этими двумя группами, причем нержавеющая сталь марки 316 по цене приближается к стоимости ПВДФ. Стоит обратить внимание на то, что трубы, выполненные из более высоколегированной нержавеющей стали (такой как 20Cr/18Ni/6Mo) значительно дороже, чем трубы из сплава марки 316.

Указанные в таблице цены соответствуют прямым трубам и не учитывают стоимость фитингов и монтажа. Таким образом, полная стоимость системы трубопроводов из нержавеющих труб по затратам может быть ближе к стоимости трубопроводов из ПВДФ, чем показывают цифры, представленные в таблице. Использование аналогичных фасонных элементов из сополимера тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами может быть более привлекательным по стоимости, чем применение сложных фитингов из ПТФЭ (но это не относится к самим трубам).

СИСТЕМЫ МОНТАЖА ТРУБОПРОВОДОВ

В этом разделе будет обсуждаться выбор материалов для различных типов и частей трубопроводов, которые чаще всего используются при производстве высокочистой воды.

Исходная вода

В большинстве случаев исходной является вода из системы коммунального водоснабжения (реже из реки или скважины), и ее химический состав будет меняться в зависимости от местонахождения. Однако по сравнению с конечным продуктом исходная вода будет иметь относительно высокие показатели содержания растворенных солей (примерно от 50 до нескольких сотен ppm), органических веществ, взвешенных твердых частиц и растворенных газов. Главным критерием выбора системы трубопроводов в этом случае должна быть высокая надежность в сочетании с низкой стоимостью.

В трубопроводах для исходной воды обычно используются углеродистые стали. Чугун также пригоден для этих целей, особенно для труб больших диаметров и для водопроводных систем распределения. Эти материалы являются чрезвычайно уязвимыми к коррозионному воздействию во многих водах, особенно в быстрых потоках или в условиях локальной турбулентности (например в коленах труб). В дополнение к уже отмеченным проблемам технического обслуживания коррозия (вследствие попадания ее продуктов в воду) может усложнить дальнейшие стадии процесса очистки воды. Следовательно, с целью увеличения срока эксплуатации систем эти материалы должны быть защищены покрытиями. Для труб бóльшого диаметра (в коммунальных системах распределения) часто используется внутренняя защита покрытиями или полиэтилено-

вая футеровка. Для труб малых диаметров, имеющих большее отношение к рассматриваемым проблемам, более дешевым методом защиты является гальванизация, особенно по сравнению с покрытием внутренней поверхности труб защитными красками. Тем не менее, гальванизация не всегда является удовлетворительной мерой при длительном сроке эксплуатации.

Как показано ранее, некоторые полимеры по стоимости могут конкурировать с углеродистой статью с защитными покрытиями, но они являются гораздо менее уязвимыми к разрушению под действием химикатов. Следовательно, чтобы свести к минимуму проблемы, связанные с коррозией, наблюдается все возрастающая тенденция использования в трубопроводах для исходной воды полимерных материалов вместо металлических. Возможными вариантами таких материалов могут быть ПЭ, ПВХ или более дорогие, но более прочные и жесткие акрилонитрилбутадиенстирольные пластики.

Вода, проходящая через различные стадии очистки

По мере того, как вода проходит через последовательные стадии сложного процесса очистки, которые представляют собой современную систему получения высокочистой воды, происходит увеличение ее стоимости. Кроме того, она становится все более и более восприимчивой к загрязнениям продуктами коррозии и деструкции, протекающими с умеренными (или даже малыми) скоростями. Поэтому материалы для изготовления трубопроводов с наиболее высокими эксплуатационными качествами становятся более востребованными, чем в случаях, рассмотренных в предыдущем разделе. Вообще говоря, углеродистая сталь или чугун не должны быть приоритетными для рассмотрения, хотя иногда трубопроводы из таких материалов могут найти применение в сочетании с ионообменными смолами или угольными фильтрами, расположенными на выходе из системы. В подобных случаях стальные трубопроводы и стальные емкости, включая многоцелевые фильтры со слоями активированного угля, а также некоторые ионообменные колонки могут быть футерованы резиной. При выборе материалов для изготовления основной части трубопроводов, используемых для описываемых целей, преимущество следует отдавать полимерам, например таким, как ПВХ непластифицированный, акрилонитрилбутадиенстирол, ПП или стеклопластик. Существует много примеров использования двух первых материалов из этого ряда в системах получения высокочистой воды, по крайней мере, до финишного ионообменника со смешанным слоем.

Однако в местах, где требуется повышенная прочность, необходимо использовать металлические трубы. Одним из примеров являются стенки корпуса установки высокого давления обратного осмоса, где, как правило, используется нержавеющая сталь 316L, характеризующаяся высокой прочностью и хорошей коррозионной стойкостью, присущей этому типу сталей. И все-таки эта марка стали не всегда представляет собой оптимальный вариант, поскольку критическим параметром часто является стойкость к питтингу (точечной коррозии) и щелевой коррозии. Последний тип коррозии является наиболее вероятным в местах соединения (например, разборных уплотнительных колец с ручной затяжкой) труб между собой или с насосом, а также с ячейкой обратного осмоса, но может протекать и в местах дефектов сварки.

Для данной марки нержавеющей стали преобладание точечной или щелевой коррозии возрастает с увеличением общего содержания растворенных в воде твердых веществ (и особенно с увеличением концентрации хлоридов), а ее устойчивость к таким

локализованным формам коррозии возрастает с увеличением содержания в стали хрома и молибдена. Практика показывает, что сталь марки 316 (а, следовательно, и 316L) является подходящей для всех случаев, кроме воды с очень высоким содержанием хлоридов. Если концентрация хлоридов приближается к их концентрации в морской воде, то даже сталь марки UNS NO.8904 эксплуатируется на пределе своих возможностей, и в этих случаях необходимо применять материал, подобный стали марки UNS S31254 (20Cr/18Ni/6Mo). С другой стороны, если на очистку поступает вода с низким общим солесодержанием (TDS), то марка нержавеющей стали 304 (или 304L) может быть приемлема для использования.

Вода финишной стадии очистки

Долговечность и устойчивость к внешним условиям наряду с требованием непроницаемости по отношению к газам из окружающей среды являются главными факторами при выборе материала труб для транспортировки высокочистой воды к зачастую удаленным точкам ее использования. Однако первостепенное значение имеет предотвращение загрязнения воды растворимыми органическими или неорганическими веществами, а также локальными очагами генерации частиц. Ключевым моментом в этом отношении является полярная природа молекулы воды, которая придает воде (в особенности чистой) свойства сильного растворителя, в частности, в отношении ионных веществ. Поэтому выбор материалов для труб остается довольно ограниченным, даже когда речь идет о металлических или полимерных материалах с самым высоким качеством, трубы из которых должны иметь очень гладкую непористую внутреннюю поверхность для минимизации адсорбции и выделения частиц, а также участков роста и размножения бактерий. Сохранение гладких поверхностей и предотвращение образования трещин является предметом особой заботы в местах соединения труб.

Материалы труб или соединительных элементов, которые содержат потенциально выщелачиваемые добавки, примеси, пигменты, модификаторы, стабилизаторы, клеи, растворители, герметики или смазочные материалы должны всегда быть объектом пристального внимания. Считается, что пластификаторы служат питательным веществом для роста бактерий.

Хотя ПВХ и акрилонитрилбутадиенстирол использовались раньше для транспортировки очищенной воды, сейчас существуют возражения для применения этих материалов на критических участках, где требуется очень высокая чистота. Известно, что ПВХ выделяет органические соединения (и даже иногда металлические), наличие которых в полимере обусловлено процессом его производства, а акрилонитрилбутадиенстирол может выделять стирол, поэтому соединения трубопроводов, выполненных из обоих материалов методом холодной сварки, могут стать источниками загрязнений. ПП, например, содержит в качестве добавок антиоксиданты или другие вещества, являющиеся вспомогательными в процессе синтеза полимера и которые потенциально являются загрязнителями.

Незначительная коррозия металлических труб может лишить получаемую воду требуемых качеств, и этот факт ставит под сомнение применение труб из металлических сплавов, например таких, как медь/никель, несмотря на промежуточное положение, которое они занимают по ценам среди других материалов. Чтобы сохранить высокое качество, присущее продукту, в настоящее время для новых систем трубопроводов общепринято применять более дорогие материалы, которые характеризуются высокими

эксплуатационными свойствами, например нержавеющую сталь и фторопласты. В этом отношении нержавеющая сталь марки 316 (особенно, если она предварительно подвергнута пассивации с целью образования на поверхности защитной пленки окиси хрома) может быть подходящей для многих целей, и ее все еще предпочитают использовать в системах получения чистой воды в фармацевтической промышленности (частично потому, что она хорошо ведет себя при стерилизации паром). Однако система трубопроводов из нее менее удобна для сборки и разборки, чем такая же система из полимеров, и этот фактор также может сократить разрыв между окончательной стоимостью систем из нержавеющей стали по сравнению с системой, выполненной из ПВДФ.

Системы подготовки воды для фармацевтической промышленности

Хотя в прошлом использовался ПВХ, а сейчас все чаще в ходу ПВДФ, главным материалом для трубопроводов высокочистой воды в фармацевтической промышленности остается нержавеющая сталь. Поскольку известны редкие случаи коррозии нержавеющей стали (см. ранее), то вероятна и возможность загрязнения медицинских продуктов Fe, Cr, Ni и т. п. продуктами. По-видимому, такие случаи являются следствием нарушения производственного процесса. Соображения, которые объясняют столь устойчивую традицию выбора нержавеющей стали для изготовления трубопроводов в фармацевтической промышленности, основаны на уверенности в ее поведении при эксплуатации и сомнении в том, что при транспортировке чистой воды при высоких температурах ПВДФ способен сохранить свою стабильность в течение длительного времени.

Что касается выбора подходящей марки нержавеющей стали, то он, как правило, ограничивается выбором между марками 304 и 316, причем последняя обычно более популярна благодаря бóльшей стойкости к питтинговой и щелевой коррозии. Там, где есть сварные соединения, экономным и благоразумным является выбор либо низкоуглеродистой стали марки L, либо разновидностей нержавеющей стали, содержащих добавки Ti/Nb (см. изложенное ранее). К тому же для внутренней поверхности таких труб часто задается требование по электрополировке.

Нержавеющая сталь, ко всему прочему, широко применяется в фармацевтической промышленности и для накопителей – хранилищ очищенной воды, особенно часто для хранилищ горячей (+80°C) воды. Сталь марки 316L иногда предварительно пассивируется, и для этого назначения именно такой вариант является предпочтительным.

Системы подготовки воды для микроэлектронной промышленности

Хотя случаи использования нержавеющей стали или очень дорогого полимера, например, полиэфирэфиркетона не являются редкостью, последнее время наблюдается явная тенденция применения в системах распределения воды конечной стадии очистки фторполимеров, особенно ПВДФ.

Вопреки относительно высокой его стоимости, ПВДФ является фактически одним из самых дешевых из доступных фторполимеров, чрезвычайно инертным и выпускается в промышленных масштабах и сортаментах. Он может соединяться довольно легко непосредственно путем сплавления без участия растворителя. Обычные трубопроводы из ПВДФ используются на участках, начиная от фильтров смешанного действия и далее. Другие подобные материалы, например, сополимер тетрафторэтилена с перфторалкил-

перфторвиниловыми эфирами и этилен-хлортрифторэтилен могут применяться, в частности, в качестве фитингов. Первоначальный переход от использования таких традиционных полимеров, как ПВХ, акрилонитрилбутадиенстирол и ПП в сторону ПВДФ был обусловлен экспериментальными данными, полученными в результате изучения относительных скоростей выщелачивания из материалов, выступающих в роли кандидатов для этих целей. Более информативными из этих экспериментов оказались те, которые получены в результате измерения следов веществ исследуемых образцов в реальных условиях транспортировки воды, по сравнению с экспериментами, проведенными в статическом состоянии, заключающимися в выдержке проб в фиксированном количестве воды. Некоторые современные работы по исследованию выщелачивания и других свойств поверхностей трубопроводов, например, склонности к обрастанию, проводили с целью сравнения свойств разных фторполимеров, например, ПВДФ, сополимера тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами и этилен-трифторэтилена. Разные исследования иногда показывают отсутствие явного преимущества других фторполимеров по отношению к ПВДФ. Все же общие характеристики ПВДФ, в смысле механической прочности, способности к обработке, стоимости и срока эксплуатации, послужили причиной того, что ПВДФ является наиболее широко распространенным материалом в системах транспортировки высокочистой воды.

Если речь идет о сложных и больших системах трубопроводов, следует избегать применения чрезмерно дорогих материалов, таких как ПВДФ. Для этих случаев альтернативой ПВДФ становится использование акрилонитрилбутадиенстирола или ПВХ (материалов, которые хорошо зарекомендовали себя в эксплуатации, как в прошлом, так и сейчас) в сочетании с конечными фильтрами, если требуется устранить какие-либо органические примеси.

Кислоты

В процессе производства интегральных схем полупроводниковые пластины требуют обработки различными кислотами, такими как серная, фтористоводородная, дымящая азотная и соляная кислота. Другой агрессивной жидкостью, с которой приходится иметь дело, является перекись водорода. Критическое требование, на основе которого производят выбор труб для таких жидкостей – предотвращение коррозии или деструкции труб. Оно выдвигается с целью обеспечения адекватной надежности системы и по соображениям безопасности. Марки полимеров менее качественных сортов, например, ПП, ПЭ, ПВХ и акрилонитрилбутадиенстирол обычно не годятся для эксплуатации в контакте со многими концентрированными кислотами. Хотя нержавеющая сталь типа 316 или более качественных марок (например, 20Cr/18Ni/6Mo) может эксплуатироваться в условиях контакта с серной кислотой и перекисью водорода, она не годится для работы с соляной и фтористоводородной кислотами. Следовательно, можно отметить, что в общем наблюдается тенденция выбора высококачественных марок полимеров, например, ПТФЭ и ПВДФ, для использования в условиях работы с кислотами, но сополимер тетрафторэтилена с перфторалкилперфторвиниловыми эфирами, по некоторым данным, особенно предпочтителен.

Газы

Технологические трубопроводы для этих целей подробно описаны в главе 12 этой книги, поэтому здесь будет сделано только несколько обобщающих замечаний и наблюдений.

С точки зрения старения и окисления металлических трубопроводов, они не должны создавать проблем, поскольку сухие газы оказывают разрушающее воздействие на металлы только при значительных скоростях потока и повышенных температурах (в несколько сотен градусов Цельсия). Главным критерием при выборе материала трубопроводов для газов является предотвращение загрязнения высокочистых газов при их прохождении по трубам, и это требование исключает применение полимеров из-за их частичной воздухопроницаемости.

Что касается медных трубопроводов, которые в прошлом использовались во многих случаях вместе с латунными фитингами, то им присущ один потенциальный источник загрязнения – осадок флюса, используемого при сварке, который не подвержен эффективному удалению без того, чтобы не оставить вместо себя другие загрязняющие вещества.

Следовательно, в настоящее время для современных систем трубопроводов преобладает тенденция выбора нержавеющей стали (такой как 316) с внутренней поверхностью, подвергнутой тщательной, доскональной поверхностной обработке, включающей электрополировку. Хотя применение электрополировки внутренних каналов трубопроводов является довольно распространенной технологией для многих деталей, она требует специального оборудования и квалификации, поэтому является дорогостоящим процессом. Сейчас электрополированные детали для систем распределения высокочистых газов из нержавеющей стали, включая трубопроводную арматуру и фитинги, выпускаются промышленностью.

ЗАКЛЮЧИТЕЛЬНЫЕ ЗАМЕЧАНИЯ

В этой главе был представлен широкий спектр металлических и полимерных материалов, которые отвечают требованиям, предъявляемым к трубопроводным системам, а также показано, что выбор оптимальных материалов для этих систем будет варьироваться в зависимости от транспортируемой среды.

В целом, для транспортировки воды нет ничего неожиданного во взаимосвязи между качеством (и, следовательно, стоимостью) материала, из которого изготовлены трубопроводы, и чистотой воды. Так, для систем транспортировки исходной воды и воды на всех стадиях, кроме финишной очистки, широко применяются такие дешевые полимеры, как ПЭ, ПП, акрилонитрилбутадиенстирол и ПВХ. Но там, где вода является конечным продуктом, ее качество должно быть гарантировано использованием высокочистых трубопроводов и фитингов из таких материалов как, например, нержавеющая сталь или, наиболее часто, фторполимеры, например, ПВДФ.

Если для транспортировки концентрированных кислот наиболее дорогие марки полимеров являются более распространенными, чем нержавеющая сталь, то системы транспортировки высокочистых газов обычно выполняются из металлических материалов, причем в современных системах предпочтение отдается не меди, а электрополированным нержавеющим сталям.

Несмотря на все вышеизложенное, сделать правильный выбор надлежащих материалов с требуемыми характеристиками для создания систем трубопроводов на начальной стадии проектирования совсем непросто. Производственная практика кишит примерами ошибок и промахов, вызванных неправильным изготовлением и монтажом трубопроводов, поэтому контроль необходим всегда – с момента начала проектирования систем трубопроводов до конечных этапов их монтажа.

Содержание

1 Введение в проектирование чистых и изолирующих помещений 9
Введение 9
История чистых помещений 10
Чистые помещения 15
Что такое чистое помещение? 15
Классификация чистых помещений 16
Классы чистоты помещений, используемых в различных отраслях 18
Типы чистых помещений и зон 19
Локализация загрязнений 28
Изолирующие помещения и боксы 29
Подача в чистые помещения технологических жидкостей и газов 30
Благодарности 30

2 Международные стандарты по проектированию чистых помещений 31
Введение 31
Стандарты по чистым помещениям 31
Перечисление стандартов, методик и технических регламентов 31
Кто создает стандарты по чистым помещениям? 32
Разработка международных стандартов по чистым помещениям 33
Стандарты по чистым помещениям – влияющие факторы 36
Загрязнения и другие факторы, которые нужно рассмотреть 36
Загрязнение частицами 36
Связь между классом чистоты и используемыми в проекте материалами 37
Чистые и классифицируемые помещения 38
Состояния помещения, принимаемые во внимание при проектировании 39
Классы чистых помещений 39
Стандарты общетехнического назначения 40
Новый стандарт ISO по классификации чистых помещений 46
Классификация, учитывающая биозагрязнения 51
Производство стерильных фармацевтических средств 51
Другие классификационные стандарты по биозагрязнениям 55
Классификация в соответствии с технологиями, требующими изоляции 56
Другие стандарты по чистым помещениям 58
Стандарты по чистым помещениям 58
Проектирование изоляторов и минизон 60
Рекомендации (RP) института исследования окружающей среды и технологии (IEST), США 60
Стандарты по чистоте поверхностей 62
Стандарты по проектированию чистых помещений – выбор технических концепций и решений, материалов, оборудования и пр. 62
Стандарты по чистым помещениям 63
Сокращения и обозначения источников информации 66
Благодарности 68

3 Проектирование чистых помещений для микроэлектронной промышленности 69
Введение 69
Производство полупроводниковых микросхем 70
Материалы 70
Производство пластин 72
Сборка и тестирование 74
Правила проектирования 76
Особенности проектирования 79
Планировка 79
Воздушный поток – направление 87

Воздушный поток – количество ... 88
Летучие молекулярные загрязнения ... 89
Система фильтровального подвесного потолка ... 90
Система рециркуляции воздуха ... 90
Система подготовки наружного воздуха ... 92
Рециркуляция воздуха ... 93
Огнезащита ... 94
Стены ... 95
Освещение ... 96
Системы электроснабжения ... 96
Системы мониторинга и сигнализации ... 97
Остальные системы ... 99
Заключение ... 101
Благодарность ... 102
Ссылки ... 102

4 Проектирование чистых помещений для фармацевтической промышленности ... 103
Введение ... 103
Типы процессов в фармацевтической промышленности ... 104
Инъекционные препараты ... 104
Препараты для наружного применения ... 105
Препараты для внутреннего применения ... 106
Проектирование производства ... 106
Задачи проектирования ... 106
Использование руководств и стандартов ... 107
Методология проектирования ... 107
Планировка системы чистых помещений ... 108
Чистота технологической среды ... 110
Генерация загрязнений ... 110
Поступление загрязнений через дефекты в системах HEPA-фильтров ... 110
Удаление загрязнений из помещения с помощью вентиляции методами вытеснения или разбавления ... 111
Изоляторы и барьерные устройства ... 115
Контроль перепадов давления и воздушных потоков ... 129
Контроль температуры и влажности ... 135
Уровень освещенности ... 135
Уровень шума ... 135
Эстетические соображения ... 136
Строительство, коммуникации и оборудование ... 136
Приемка и эксплуатационная квалификация ... 137
Приемка ... 137
Операционная квалификация ... 137
Заключительные замечания ... 138
Благодарности ... 139

5 Проектирование чистых помещений для производства изделий медицинской техники ... 140
Введение ... 140
Аргументы в пользу необходимости контроля микрозагрязнений ... 141
Философия системы качества ... 141
Требования к чистоте воздушной среды ... 142
Конфигурации чистых помещений ... 143
Иглы и канюли для инъекций ... 144
Электрокардиостимуляторы ... 145
Биопротезы аорты ... 145
Заключительные замечания ... 147
Литература ... 148

6 Средства защиты от загрязнений в биотехнологической промышленности ... 149
Введение ... 149
Биотехнология как отрасль промышленности ... 150
Биотехнологические процессы ... 150

Приготовление питательной среды ... 151
Культивирование микроорганизмов ... 152
Выделение и очистка ... 153
Финишные технологические операции ... 155
Технологические среды ... 156
Биологическая безопасность ... 158
Законодательство в области биологической безопасности ... 158
Первичная изоляция ... 161
Вторичная изоляция ... 162
Обеззараживание жидких стоков ... 165
Помещения для биофармацевтических производств ... 167
Интегрирование мер биологической безопасности и защиты продукта от посторонних микроорганизмов ... 167
Пожары и взрывы ... 168
Радиоактивность ... 168
Заключительные замечания ... 169

7 Концепции экономической эффективности и энергосбережения чистых помещений ... 170
Введение ... 170
Минимизация расхода воздуха для оптимизации экономической эффективности ... 170
Системы чистых помещений: уникальные схемы защиты ... 171
Локальная защита ... 172
Линейная защита ... 175
Пространственная защита в больших чистых помещениях ... 177
Сравнительная оценка ... 179
Оптимизация энергозатрат в системах чистых помещений ... 179
Пример комплексной энергетической концепции ... 180
Полуколичественные замечания о некоторых видах затрат ... 181
Влияние на стоимость применения минисред и изоляторов ... 183
Заключительные замечания ... 184
Благодарности ... 185
Литература ... 185

8 Высокоэффективная фильтрация воздуха ... 186
Введение ... 186
Конструкции высокоэффективных воздушных фильтров ... 187
HEPA-фильтры ... 190
ULPA-фильтры ... 190
Механизмы улавливания частиц ... 190
Высокоэффективный фильтр как направляющая воздушного потока ... 193
Определение характеристик высокоэффективных воздушных фильтров ... 195
Стандарт 282 вооруженных сил США ... 195
Использование пламенного фотометра и аэрозолей NaCl (Eurovent 4/4 и стандарт 3928 Великобритании) ... 197
Практические рекомендации IEST «Определение характеристик ULPA-фильтров» ... 198
Европейский стандарт EN 1822 ... 199
Сканирование поверхности высокоэффективных воздушных фильтров ... 201
Практические рекомендации IEST «HEPA и ULPA-фильтры» ... 204
Измерение эффективности при двух скоростях и инкапсуляция ... 206
Крепление высокоэффективных воздушных фильтров ... 207
Проверка допустимой утечки через уплотнение ... 208
Применение жидких герметиков ... 209
Контроль установленных высокоэффективных фильтров ... 211
Стандарты по фильтрам ... 214
Благодарности ... 214

9 Конструкционные материалы и защитные покрытия для чистых помещений ... 215
Введение ... 215
Общие положения ... 215
Эксплуатационные характеристики конструкционных материалов и поверхностей ... 217
Функциональность ... 217

Долговечность ... 218
Способность к очистке ... 219
Ремонтоспособность ... 219
Рассмотрение специфических особенностей ... 220
Примеры материалов и особенности строительства чистых помещений ... 220
Элементы чистых помещений с легко очищаемыми и малоизнашивающимися поверхностями ... 221
Системы полов ... 221
Высококачественные финишные напольные покрытия ... 223
Высококачественные финишные напольные покрытия, предназначенные для удаления электростатического заряда ... 224
Другие допустимые системы пола ... 225
Системы стеновых ограждений ... 226
Дверные системы ... 231
Потолочные системы ... 231
Конструкции и материалы, допустимые для использования в чистых помещениях ... 235
Меры предосторожности во время строительства и монтажа чистых помещений ... 238
Литература ... 238

10 Технология получения чистой воды ... 239
Введение ... 239
Удаление растворенных ионов ... 241
Дистилляция ... 242
Обратный осмос ... 245
Ионный обмен ... 253
Электродиализ ... 258
Основные принципы ... 258
Электродеионизация или непрерывный деионизационный процесс ... 260
Удаление органики ... 261
Ионный обмен ... 261
Обратный осмос и нанофильтрация ... 262
Фильтры на основе активированных углей ... 262
Другие методы ... 263
Удаление твердых частиц ... 263
Фильтрация с использованием песчаного слоя и других гранулированных сред ... 263
Картриджи (патроны) и микрофильтрация ... 264
Ультрафильтрация ... 264
Удаление бактерий ... 265
Химическое обеззараживание ... 265
Ультрафиолетовое (УФ) облучение ... 266
Нагревание ... 267
Мембраны ... 267
Заключительные замечания ... 268

11 Проектирование систем сверхчистой воды для использования в производстве интегральных схем ... 269
Введение ... 269
Влияние загрязненной воды ... 269
Ионные загрязнения ... 270
Неионные загрязнения ... 271
Органические загрязнения ... 271
Бактерии ... 272
Растворенные газы ... 272
Проектирование установки очистки воды ... 273
Источники воды ... 273
Предварительная обработка воды ... 273
Насыпные фильтры ... 274
Фильтр с активированным углем ... 275
Ловушка для органики ... 276
Обработка химическими реактивами ... 277
Фильтрация ... 277
Обратный осмос ... 277

Деаэрация/дегазация ... 280
Деминерализация ... 281
Фильтры (колонны) смешанного действия (ФСД) ... 284
Финишная колонна («полирующий» фильтр) ... 286
Системы обработки ультрафиолетовым (УФ) излучением ... 287
Использование УФ-излучения
для удаления органических соединений ... 288
Финишная фильтрация ... 288
Финишный контур ... 289
Измерительные приборы ... 290

12 Производство и транспортировка газов высокой чистоты в полупроводниковой промышленности ... 292
Введение ... 292
Использование технологических газов ... 292
Азот ... 292
Водород ... 293
Кислород ... 293
Аргон ... 293
Примеси в газах ... 293
Производство и транспортировка азота ... 295
Требования к уровню качества ... 295
Объем ... 295
Бесперебойность поставок ... 295
Азотный генератор ... 296
Установка очистки азота ... 300
Производство и транспортировка кислорода ... 300
Установка очистки кислорода ... 301
Производство и транспортировка аргона ... 302
Установка очистки аргона ... 302
Производство и транспортировка водорода ... 304
Установка очистки водорода ... 304
Системы распределения газов ... 306
Нержавеющая сталь ... 306
Заключительные замечания ... 309

13 Материалы для технологических трубопроводов ... 310
Введение ... 310
Металлические материалы для трубопроводов ... 310
Углеродистая сталь ... 310
Медь и медные сплавы ... 312
Нержавеющие стали ... 313
Другие металлические материалы ... 318
Полимерные материалы для трубопроводов ... 318
Общие положения ... 318
Некоторые полимерные материалы для трубопроводов ... 320
Некоторые особенности проектирования трубопроводов из полимеров ... 327
Эффекты теплового расширения ... 327
Влияние прочности и жесткости ... 328
Полимеры, армированные волокном ... 329
Некоторые другие аспекты проектирования ... 330
Соединение полимеров ... 331
Стоимость материалов для трубопроводов ... 331
Системы монтажа трубопроводов ... 333
Исходная вода ... 333
Вода, проходящая через различные стадии очистки ... 334
Вода финишной стадии очистки ... 335
Системы подготовки воды для фармацевтической промышленности ... 336
Системы подготовки воды для микроэлектронной промышленности ... 336
Кислоты ... 337
Газы ... 337
Заключительные замечания ... 338

Проектирование чистых помещений

Под редакцией В. УАЙТА

Перевод с англ. яз.

Общая редакция *В. И. Калечиц*
Выпускающий редактор *О. Ф. Алексашина*
Подготовка иллюстраций
и компьютерная верстка
А. И. Яковлева

Сдано в набор 25.04.2004. Подписано в печать 04.06.2004 г.
Формат 70×100/16. Печать офсетная. Гарнитура «Таймс».
Усл.-печ. л. 22,5. Тираж 500 экз. Заказ № 1504
Цена договорная.

ООО «Клинрум»
Адрес: 127411, г. Москва, Дмитровское ш., 110
Тел./факс: 484-7295
http://www.cleanrooms.ru
E-mail: cleanroom@asincom.ru

Изготовление фотоформ
ООО «Европолиграфик»
Адрес: 117420, г. Москва, ул. Наметкина, дом 10
Тел./факс: 718-3165

Отпечатано в ОАО «КТС»
Адрес: 248021, г. Калуга, ул. Московская, 256
Тел.: (0842) 55-1012
при участии ООО «Европолиграфик»