

Kalibrierung von optischen Partikelzählern

Kevin Auderset, Konstantina Vasilatou
Eidgenössisches Institut für Metrologie METAS

Abstract

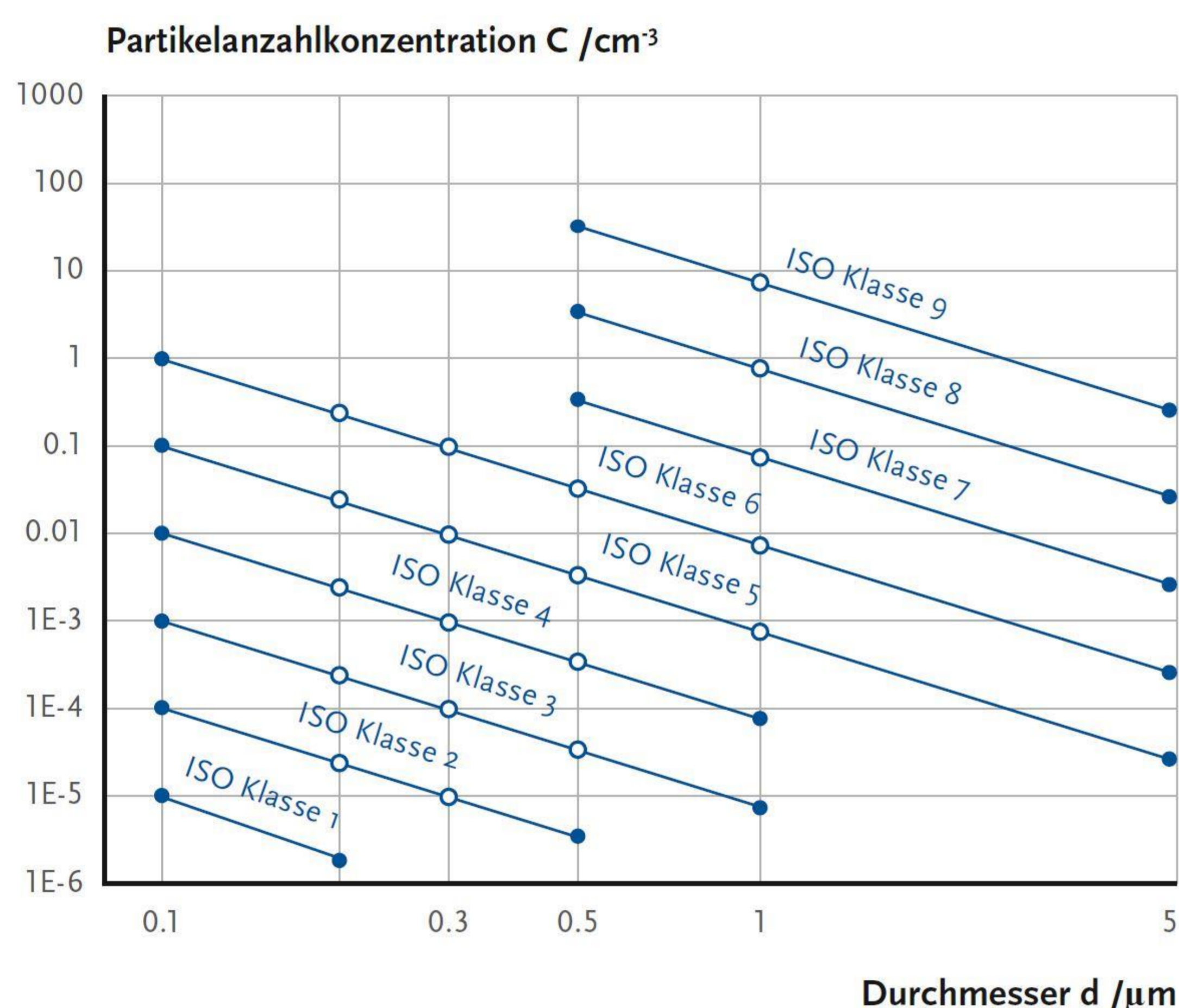
Die Fortschritte in Forschung und Entwicklung, die Miniaturisierung hochtechnologischer Prozesse sowie verschärfte Sicherheitsbestimmungen im Lebensmittelbereich, im Gesundheitswesen und in der Pharmaindustrie führen dazu, dass immer mehr Reinnräume in Betrieb genommen werden.

Als weltweit erstes Metrologieinstitut bietet METAS auf SI-Einheiten rückführbare Kalibrierungen von optischen Partikelzählern im Bereich zwischen 0.1 µm und 10.0 µm an.

Reinnräume und ihre Klassifizierung

Die Luftqualität in Reinnräumen und ähnlichen Umgebungen wird gemäss ISO-Norm 14644-1 durch die Anzahl der kleinsten Partikel pro Kubikmeter Luft definiert. Diese Anzahlkonzentration bildet zusammen mit der Partikelgrösse die Grundlage, um die Reinnräume in neun Klassen einzuteilen.

Dabei sind sehr tiefe Konzentrationen zentral. Das System von METAS erlaubt es einen Reinnraum zu simulieren und in dieser Umgebung Vergleichsmessungen mit dem nationalen Primärnormal durchzuführen.



1 Klassifizierung von Reinnräumen nach den maximalen Anzahlkonzentrationen in Abhängigkeit der Partikelgrösse gemäss ISO 14644-1. Beispiel: In Klasse 9 darf die Konzentration der Partikel grösser als 0.5 µm (bzw. 1 µm) den Wert 35 cm⁻³ (bzw. 8 cm⁻³) nicht übersteigen.

Anforderungen der ISO 21501-4

Ein Partikelzähler erfüllt die Anforderungen von ISO 21501-4, wenn er unter anderem

- die Partikelgrössen auf 10 % genau bestimmen kann;
- die Anzahl Partikel in der kleinsten Grössenklasse auf (50 ± 20) %, in den übrigen Klassen auf (100 ± 10) % genau bestimmen kann;
- mindestens einmal pro Jahr kalibriert wird.

Kalibrierzertifikat Nr. 235-XXXXXX

Messresultate Partikelanzahlkonzentration

d	[nm]	:	zertifizierter Durchmesser der Latexpartikel
C_p	[1/cm ³]	:	mittlere Partikelkonzentration Prüfling im Messbereich (MB) (berechnet aus unkorrigierter Geräteanzeige bei obigen Messbedingungen)
s	[1/cm ³]	:	empirische Standardabweichung der Messungen C_p
C_{LAPAZ}	[1/cm ³]	:	mittlere Partikelkonzentration LAPAZ (Resultate sind bezogen auf obige Messbedingungen)
MB	[µm]	:	Berücksichtigter Messbereich(e) des Prüflings. Alle Messergebnisse sind für Bereiche von Durchmessern angegeben. Eventuelle Beiträge in anderen Messbereichen bleiben unberücksichtigt.

$d \pm U$	$C_p \pm s$	$C_{LAPAZ} \pm U$	$C_p / C_{LAPAZ} \pm U$	MB	C_{MB1} / C_{MB2}
300 ± 7	0.409 ± 0.004	1.06 ± 0.07	0.39 ± 0.02	0.3...0.5	-
300 ± 7	0.938 ± 0.006	2.43 ± 0.13	0.39 ± 0.02	0.3...0.5	-
498 ± 6	0.994 ± 0.006	0.90 ± 0.06	1.10 ± 0.07	0.3...0.5 & 0.5...1.0	1.46 ± 0.01
498 ± 6	2.282 ± 0.005	2.18 ± 0.12	1.05 ± 0.06	0.3...0.5 & 0.5...1.0	1.40 ± 0.01
1005 ± 22	1.435 ± 0.007	1.40 ± 0.09	1.03 ± 0.06	0.5...1.0 & 1.0...5.0	1.57 ± 0.03
1005 ± 22	3.002 ± 0.009	3.08 ± 0.18	0.97 ± 0.06	0.5...1.0 & 1.0...5.0	1.60 ± 0.01
5300 ± 330	1.14 ± 0.09	1.10 ± 0.11	1.04 ± 0.13	1.0...5.0 & 5.0...10.0	0.75 ± 0.00
5300 ± 320	3.14 ± 0.09	3.02 ± 0.19	1.04 ± 0.07	1.0...5.0 & 5.0...10.0	0.74 ± 0.01

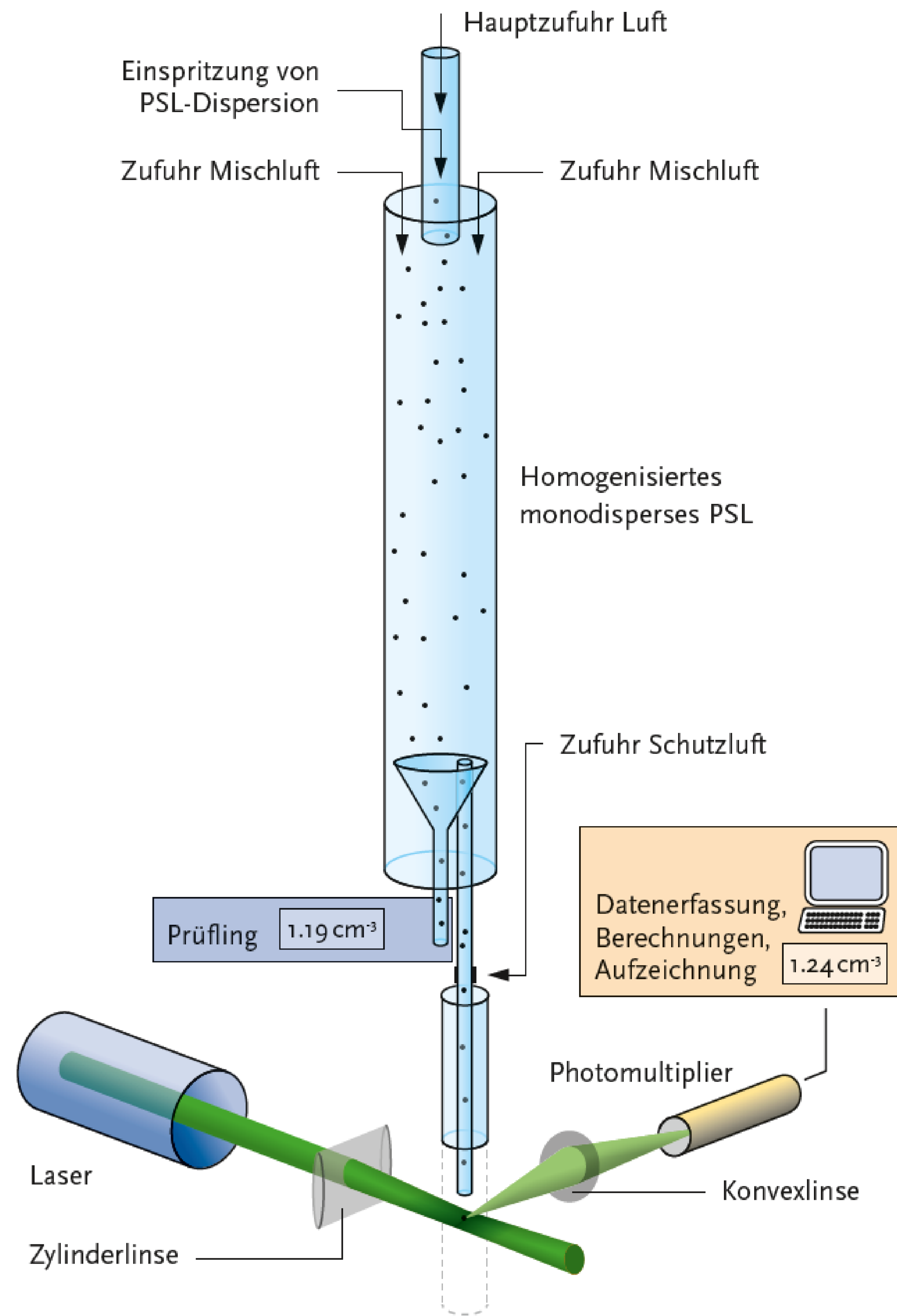
Messunsicherheit U

Effizienz DUT

Die angegebene Messunsicherheit ist das Produkt der kombinierten Standardunsicherheit mit einem Erweiterungsfaktor $k = 2$. Der Messwert (y) und die dazugehörige erweiterte Messunsicherheit (U) geben den Bereich ($y \pm U$) an, der den Wert der gemessenen Grösse mit einer Wahrscheinlichkeit von ca. 95 % enthält. Die Unsicherheit wurde in Übereinstimmung mit den Richtlinien der ISO (GUM:1995) ermittelt.

Die Messunsicherheit beinhaltet Unsicherheitsbeiträge vom benutzten Normal, vom Kalibrierungsverfahren, von den Umgebungsbedingungen und vom kalibrierten Messmittel. Das Langzeitverhalten des kalibrierten Messmittels wurde nicht berücksichtigt.

3 Auszug aus einem Musterkalibrierzertifikat



2 Vertikaler Aufbau des Homogenisators mit Probeentnahme für das nationale Primärnormal und für den Prüfling (DUT).

Das Eidgenössische Institut für Metrologie METAS

Das Eidgenössische Institut für Metrologie (METAS) ist das Kompetenzzentrum des Bundes für alle Fragen des Messens, für Messmittel und Messverfahren.

Es ist das nationale Metrologieinstitut der Schweiz. Als solches hat es den Auftrag, dafür zu sorgen, dass in der Schweiz mit der Genauigkeit gemessen werden kann, wie es für die Belange der Wirtschaft, Forschung und Verwaltung erforderlich ist.

Das METAS steht an der Spitze der Messgenauigkeit in der Schweiz. Es erarbeitet die nationale Messbasis, das heisst es kümmert sich um die physikalische Realisierung, den gegenseitigen Vergleich und dadurch um die internationale Anerkennung der Masseinheiten. Zu diesem Zweck betreibt es die hierfür benötigten Laboratorien und führt die notwendigen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten durch.

Kalibrierung von Grösse...

ISO 21501-4 verlangt, dass der von optischen Partikelzählern gemessene Partikeldurchmesser mit einem Aerosol aus Polystyren-Latex-Kugeln (PSL) kalibriert wird.

Der Durchmesser dieser PSL-Kugeln wird vom Hersteller zertifiziert, ist auf nationale Längennormale rückgeführt und wird vom METAS durch das Rasterkraftmikroskop (Atomic Force Microscope, AFM) in Stichproben überprüft. Die erweiterte relative Messunsicherheit der Partikeldurchmesser beträgt zwischen 2 % und 5 %.

...und Anzahlkonzentration

Während der Revision der Messgeräte beim Hersteller werden meist nur die Grössenkanäle justiert. Die Kalibrierung der Zählereffizienz bleibt jedoch oft aus. Etliche Hersteller verwenden bei der Revision zudem häufig konzentrierte Aerosole, also weit entfernt vom praktischen Einsatz der optischen Partikelzähler.

Um auch die Rückverfolgbarkeit der Partikelanzahlkonzentration gemäss ISO-Norm zu gewährleisten, muss ein Vergleich mit einem kalibrierten Kondensationspartikelzähler (Condensation Particle Counter, CPC) oder einem kalibrierten optischen Partikelzähler durchgeführt werden.

CPC's ihrerseits müssen gemäss ISO 27891 mit einem Elektrometer kalibriert werden. Das Messprinzip des Elektrometers lässt jedoch Kalibrierungen erst bei Partikelkonzentrationen > 1000 cm⁻³ zu.

Das nationale Primärnormal des METAS ist direkt auf SI-Einheiten rückführbar und steht dementsprechend an der Spitze der Messkette und dies mit einer erweiterten relativen Messunsicherheit zwischen 5 % und 10 %.

Kontakt:
Kevin Auderset
Technischer Experte
kevin.auderset@metas.ch
+41 58 387 06 48