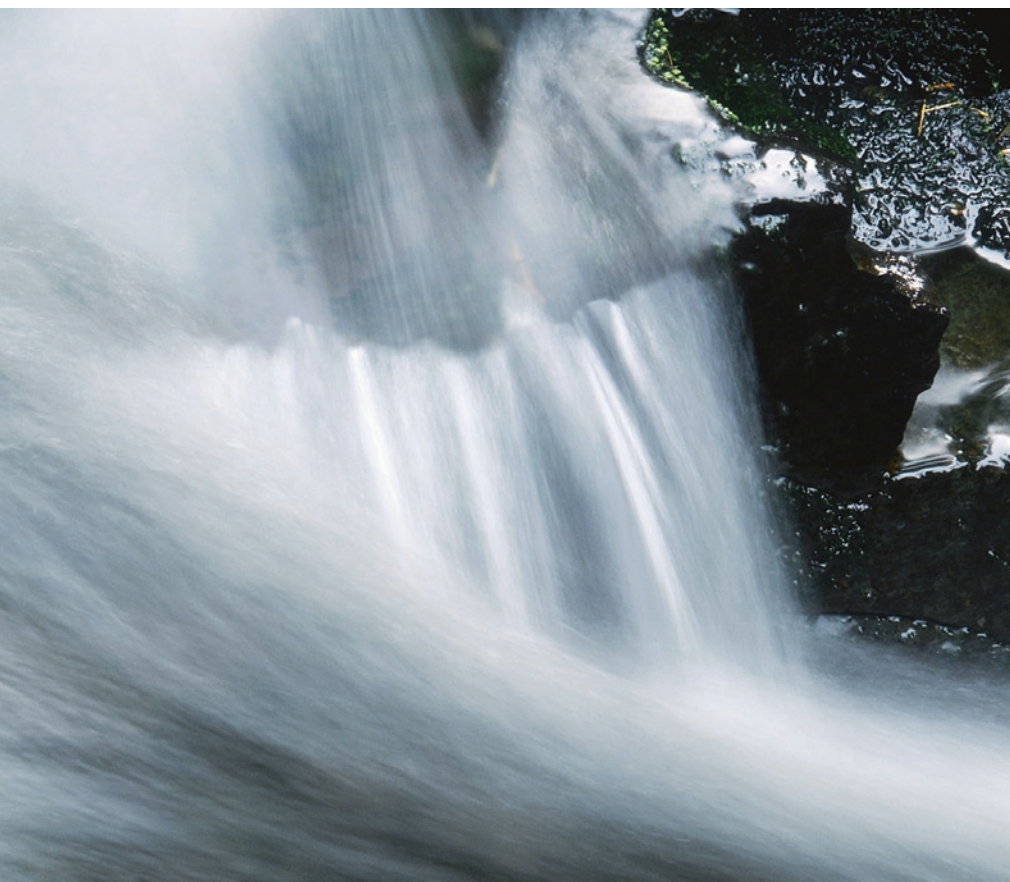


Partikelmessung in Reinstmedien

Ein Leitfaden für die apparativ und statistisch signifikante Messung



Partikelmessungen in technisch reinen Räumen und in Reinstmedien orientieren sich an ISO Normen oder an Vorgaben marktspezifischer Arbeitsgruppen wie SEMI oder ITRS. Entsprechend den Vorgaben dieser Basisdokumente werden partikuläre Verschmutzungen durch Laser Streulicht Partikelzähler (OPZ) quantifiziert. Üblicherweise geht der Anwender beim ausgewiesenen Partikelergebnis von einer absoluten Messgröße aus. Deren statistische Relevanz wird normalerweise nicht weiter hinterfragt. Moderne Reinraumkonzepte – wie z.B. Mini-environments – resultieren in derart niedrigen Reinraumklassen, dass bei der Bewertung von Zählergebnissen gesonderte statistische Betrachtungen anzustellen sind. Noch weitergehende apparative und statistische Herausforderungen durch geringe Partikeldichten stellen sich bei Reinstwasseranlagen aktuellster Generation.

Dieser Artikel umfasst sowohl den theoretisch/apparativen Hintergrund bei der Erfassung „seltener“ Messereignisse, als auch die fehlerfreie Messwertinterpretation. Da Zählereignisse im technischen Reinstwasser größere statistische Fehlinterpretationen hervorrufen und die ISO Reinraumnormen bereits auf das Thema statistische Signifikanz eingehen, soll ein Schwerpunkt auf konkrete Berechnungsbeispiele in Wasseranlagen gelegt werden.

Partikel Größenverteilung

Die zur Klassifizierung von Reinräumen grundlegenden ISO Normenwerke und Studien zur Partikel Größenverteilung in Reinstwasser basieren auf der elementaren Verteilungsfunktion (siehe Abbildung 1).

$N \sim 1/D^p$ Gleichung 1

N = Anzahl der Partikel pro Volumeneinheit (in gefilterter Luft / in gefiltertem Wasser)

D = Durchmesser des Partikels in Mikrometern (µm)

ρ = 3 für Reinstwasser

ρ = 2,08 für gefilterte Reinraumluft nach ISO 14644

Die Anwendung dieser Funktion (Gl. 1) sei an zwei Beispielen gezeigt:

Beispiel 1

Detektiert ein Messsystem z.B. 500 Partikel pro ml Reinstwasser bei 0,05 µm so wären im 0,1 µm Messkanal nur noch 62 bis 63 Partikel pro ml Reinstwasser zu erwarten.

Rechenbeispiel 1

$$62,5 = 500 \times \frac{1}{\left[\frac{0,1}{0,05} \right]^3}$$

Beispiel 2

Umrechnung des ISO Klasse 3 Grenzwertes bei 0,1 µm (1000 Partikel) in den korrespondierenden Wert bei 1,0 µm (8 Partikel). Partikelanzahl jeweils auf einen Kubikmeter Reinraumluft bezogen.

Rechenbeispiel 2

$$8 = 1000 \times \frac{1}{\left[\frac{1,0}{0,1} \right]^{2,08}}$$

Eine grundsätzliche Strategie zur Sicherstellung statistisch signifikanter Messwerte ist also das Ausweichen in Richtung kleiner Partikel (linke Teilfläche der Abbildung 1). Tatsächlich ist es



Jörg Dressler,
PMT Partikel Messtechnik

gelebte Praxis bei Reinräumen der ISO Klasse 3 mit Partikelzählern zu arbeiten, die einen kleinsten Zählkanal von 0,1 µm haben. Bei 0,1 µm steht dem maximalen Erwartungswert 1000 Partikel/m³ der korrespondierende Maximalwert bei 1 µm von nur noch 8 Partikeln/m³ gegenüber.

In modernen Wasseranlagen ist die Situation noch deutlicher. In bestimmten Fällen liegt der 0,05 µm Grenzwert erlaubter Partikelbelastungen bei nur 500 Partikeln pro Liter Reinstwasser. Diese Spezifikation ergibt (Gleichung 1, Rechenbeispiel 1) einen Grenzwert von gar nur noch 62-63 Partikeln pro Liter im 0,1 µm Größenbereich.

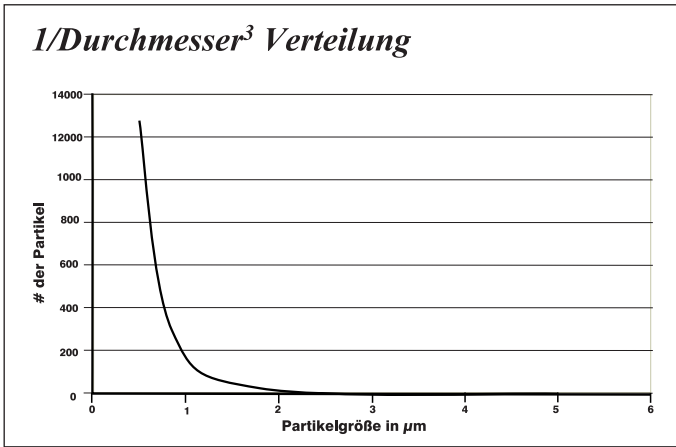


Abb. 1: Verteilungsfunktionen für gefilterte Medien.

Diese Betrachtung legt für den Wasserbereich folgenden Sachzwang fest: Einsatz von Partikelzählern mit kleinstmöglichen Messkanälen und die Vermessung von größtmöglichen Wassermengen.

Streulichtintensität und Partikelgröße

Optische Partikelzähler nutzen zum Partikelnachweis die Wechselwirkung von kohärentem Licht mit Materie. Bereits bei der Wechselwirkung von ideal kugelförmigen Partikeln tragen mehrere Effekte zum resultierenden Streulichtereignis bei. Die Gesamttheorie ist durchaus komplex und soll an dieser Stelle nicht weiter diskutiert werden. Betrachtet sei stattdessen aber die Gesamtinten-

sität der Streulichtantwort in Abhängigkeit von der eingesetzten Wellenlänge (Abbildung 2).

Lichtwechselwirkungen mit Wellenlängen im Größenbereich der zu detektierenden Partikel fallen in den Bereich der Mie-Streuung. Hier fällt die Streulichtantwort "nur" mit der 2ten Potenz bei kleiner werdendem Partikel ab ($1/D^2$ Abhängigkeit). Unterschreitet die Lichtwellenlänge den Partikeldurchmesser signifikant, wird der Bereich der Rayleigh Streuwechselwirkung betreten. Dann ist, bei kleiner werdenden Partikeln, ein Abschwächen der Streulichtantwort in der 6ten Potenz ($1/D^6$ Abhängigkeit) zu kompensieren.

Im Optimalfall sollte also die eingesetzte Lichtwellenlänge nicht unterhalb des kleinsten

Partikeldurchmessers liegen. Technische Lichtquellen im Bereich zwischen 100 und 300 nm sind allerdings unverträglich mit gerätetechnischen Wunschbedingungen (klein, wartungsarm, kostengünstig, gute Kühlung, etc.). Bei aktuellen Partikelzählerdesigns werden daher kaum Lichtquellen unterhalb von 532 nm (grüner Spektralbereich) eingesetzt. Der optischen Basislichtleistung im Rayleigh Bereich sind aber leider Grenzen gesetzt. Als typischer Wert für einen grünen 532 nm Laser seien hier etwa Dauerstrichleistungen von 300 Milliwatt genannt. Dagegen sind im Bereich der Mie-Streuung Infrarotlaser mit einigen Watt Dauerstrichleistungen kommerziell verfügbar.

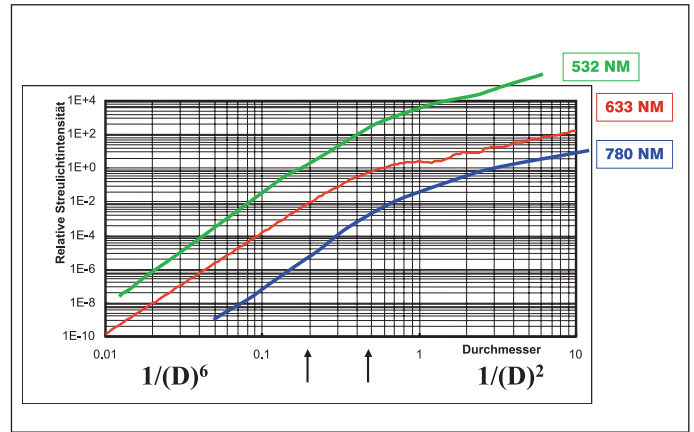
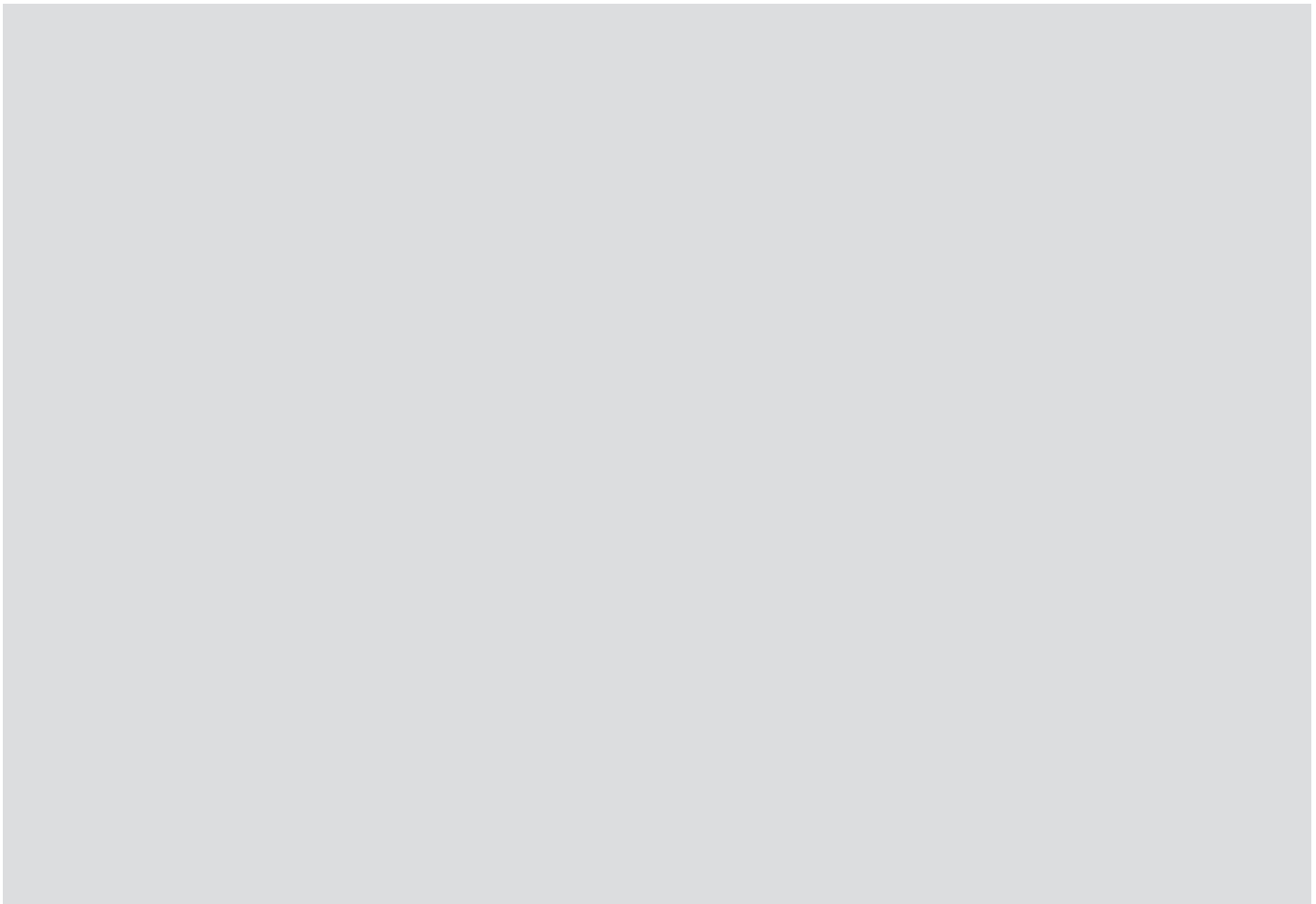
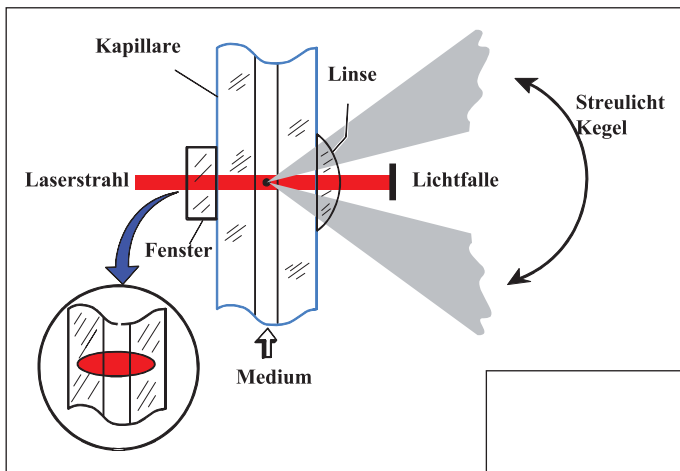


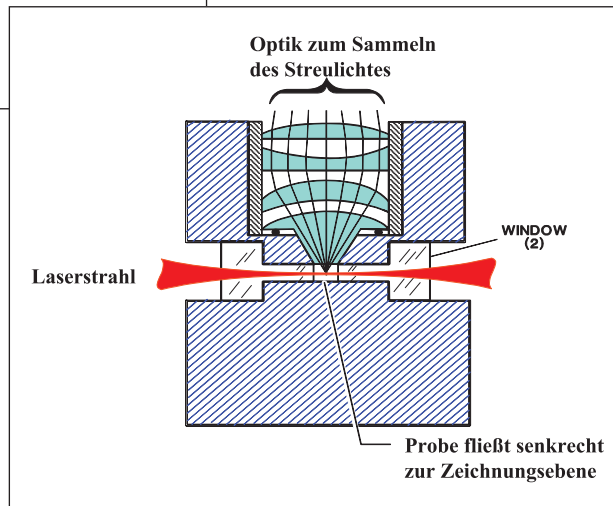
Abb. 2: Relative Streulichtintensität (y-Achse) in Abhängigkeit von der Partikelgröße (x-Achse). Verlauf für 3 unterschiedliche Lichtwellenlängen.





◀ Abb. 3: Prinzip des volumetrischen Partikelzählers. Seitliche Sicht auf die Kapillare.

▼ Abb. 4: Prinzip des nichtvolumetrischen Partikelzählers. Aufsicht auf die Kapillare von oben.



Optimierung räumlicher Wechselwirkungs-zonen

Wellenlängen von Partikelzählern müssen häufig die Rayleigh Zone (linke Hälfte in Abbildung 2) nutzen und entsprechend viel Energie ($1/D^6$ Abhängigkeit) in das elektromagnetische Lichtfeld investieren. Dies gilt ganz speziell für Anwendungen im Reinstwasserumfeld, mit einer obligatorischen Erfassung von $0,05 \mu\text{m}$ Partikeln. Im Bereich technischer Reinräume (kleinster nachzuweisender Partikeldurchmesser $0,1 \mu\text{m}$) sind die Leistungen verfügbarer Lichtquellen für Partikelzähler ausreichend. Hier kann intensives Laserlicht durchaus parallel durch den geräteinternen Partikelstrom geleitet werden. Dieser Grundaufbau wird auch als Volumetrisches Prinzip bezeichnet (Abbildung 3). Das zu analysierende Medium (Reinraumluft oder Reinstflüssigkeit) wird durch eine Kapillare geleitet. Der Kapillardurchmesser liegt üblicherweise im Bereich von $0,5$ bis 1 mm . Eingesetztes Material ist im einfachsten Fall Quarzglas, während bei Messungen in korrosivem Reinstwasser eine deutliche Bevorzugung von Saphirkapillaren zu erkennen ist. Der Laserstrahl wird in einem Winkel von 90° auf die Kapillare justiert. Damit ergibt sich eine geometrisch einfache Wechselwirkungszone zwischen Lichtstrahl und Probe. Bei hochwertigen Partikelzählern wird der Lichtstrahl optisch korrigiert (Zylinderlinsen korrigieren elliptische Abstrahlprofile von Diodenlasern zu annähernd kreisförmigen Profilen) und eventuell leicht aufgeweitet. Es ist nämlich von besonderer Bedeutung, dass innerhalb der Wechselwirkungszone die Lichtfeldstärke einen möglichst einheitlichen Wert hat. Keineswegs erfolgt aber eine Fokussierung des Laserstrahls auf das Kapillazentrum. Vorteil der volumetrischen Konstruktion ist ein wohl definiertes Wechselwirkungsvolumen mit recht gleichmäßiger Ausleuchtung.

Die elektrische Lichtfeldstärke bleibt durch die verfügbare Laserausgangsleistung beschränkt und Lichtwechselwirkungen mit den vier (!) Kapillargrenzflächen rufen störende Streueffekte hervor. Damit sind auch die Leistungsgrenzen des volumetrischen Partikelzählers vorgegeben.

Bei der Konstruktion eines $0,05$ Mikrometer Partikelzählers reichen die Feldstärken von ungebündeltem Licht nicht und alle Störeffekte durch Grenzflächenstreuung müssen zuverlässig unterdrückt werden. In diesem Fall wird der Lichtstrahl des Lasers grundsätzlich fokussiert. Designs mit gebündeltem Laserlicht bezeichnet die Literatur als nichtvolumetrische Partikelzähler (siehe Abbildung 4).

Neben einer deutlichen, lokalen Erhöhung der Lichtfeldstärke unterdrückt die starke Fokussierung Wechselwirkungen mit den Kapillarewänden. Die Kapillare dient hier nur noch als Leitung für das Medium und definiert nicht länger die Wechselwirkungszone. Ein passend dimensioniertes optisches System bildet die verkleinerte Streuzone schließlich auf einen photoelektrischen Detektor ab und blendet alle anderen Randereignisse aus.

Vorteil der nichtvolumetrischen Konzeption ist, dass starke Lichtbündelung ausreichende Lichtfeldstärken erzeugt. Dies wird mit dem prinzipiellen Nachteil erkauft, dass nur ein sehr kleiner Teil des ursprünglichen Messvolumens als Wechselwirkungszone genutzt wird.

Durchströmen einen Partikelzähler z.B. 1000 ml Reinstwasser pro Minute, kann es durchaus vorkommen, dass lediglich 1 ml/min optisch real erfasst wird. Zu diesem Thema ist unbedingt auf die entsprechende Angabe im technischen Datenblatt zu achten und bei fehlender Spezifikation vom Hersteller einzufordern. Selbst bei Einhalten des bestmöglichen Stands der Technik ist bei nichtvolumetrischen Partikelzählern ein real untersuchtes Probevolumen von $3,75 \text{ ml/min}$ aktuell nicht zu übertreffen.

Einfluss der Nullzählrate

Eine genauere Analyse von Gerätedatenblättern zeigt, dass bei hochempfindlichen Streulicht-Partikelzählern immer eine so genannte Nullzählrate spezifiziert ist. Hinter diesem technischen Parameter verbergen sich fiktive Zählereignisse an den Detektordioden. Elektromagnetische Entladungen oder kosmische Höhenstrahlung lösen solche Zählereignisse aus und führen grundsätzlich zu Überbefunden. In Abhängigkeit vom geografischen Standort des Messgerätes, des elektromagnetischen Umfeldes und Abschirmung der Detektorelektronik sind Nullzählraten im Bereich von 5 bis 15 Zählungen je Stunde durchaus typisch. Zu diesen unvermeidbaren, externen Ursachen können eventuell noch geräteinterne Störquellen hinzukommen. Zu nennen wären hier etwa rauschende Netzteile, nicht mehr optimal arbeitende Laser und Zusatzstreuung durch verschmutzte Messkapillaren.

Selbst im ungünstigen Fall von 15 Nullzählungen wurde deutlich, dass bei konventionellem Einsatz in Reinräumen der ISO Klasse 3 (und schlechter) ein Einfluss der Nullzählrate vernachlässigt werden kann. Während das Akzeptanzkriterium für ISO 3 bei 1000 Partikeln ($0,1 \mu\text{m}$) je Kubikmeter Reinraumluft liegt, beläuft sich der zusätzliche Störeffekt bei gut geschirmten 1 cfm ($28,3 \text{ Liter/min}$) Zählern auf 9 Zusatzereignisse und ist damit messtechnisch nicht relevant.

Vollkommen anders stellt sich die Situation im Reinstmedienbereich dar. Eine Nullzählrate von 3 Ereignissen im Zehnminuten Intervall bedeutet

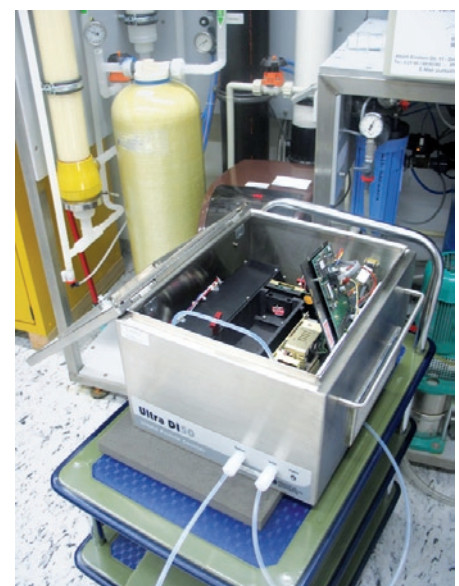


Abb. 5: PMT Partikelzähler für Reinstwasser. Durchführung der Laserblockade, Bestimmung der Nullzählrate.

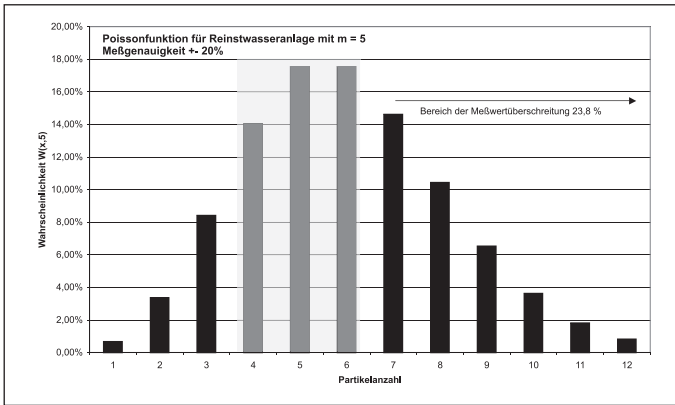


Abb. 6: Poissonverteilung für Rechenbeispiel 3.

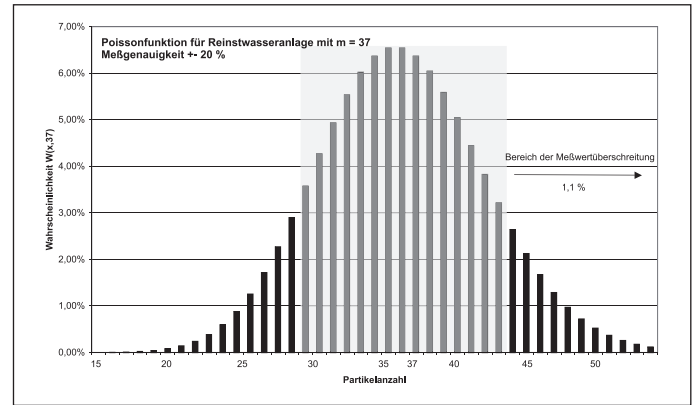


Abb. 7: Poissonverteilung für Rechenbeispiel 4.

einen Zusatzbeitrag von 3 Fiktivpartikeln auf eine 10 ml Probe (OPZ mit 1 ml/min Durchsatz) oder auf eine 37,5 ml Probe (OPZ mit 3,75 ml/min Durchsatz). Hochgerechnet auf einen Liter Reinstwasser entspräche dies einem Überbefund von 300 Partikeln/l (1,0 ml OPZ) oder 80 Partikeln/l (3,75 ml Zähler). Diese Zusatzbeiträge können sehr schnell zur Grenzwertüberschreitung bei hochreinen Wasseranlagen führen und sind bei der Interpretation von Messwerten auf jeden Fall zu berücksichtigen. Stand der Technik sind OPZs, die eine geräteinterne Kompensation mitbringen. Dazu wird der Partikelzähler in der Wasseranlage aufgebaut, angeschlossen und angeschaltet. In betriebswarmem Zustand wird die geräteinterne Lichtquelle geblockt (siehe Abbildung 5).

Echte Partikelzählereignisse können in diesem Zustand nicht mehr registriert werden. Alle Ereignisse, die im geblockten Zustand dennoch gemessen werden, sind die fraglichen Fiktivzählungen. In einer Langzeitbeobachtung über 24 Stunden wird die anlagenspezifische und gerätespezifische Nullzählrate bestimmt und als Korrekturfaktor in die Gerätesoftware eingegeben. Mit dieser Strategie können moderne OPZs die Nullzählrate/Fehlzählrate um etwa einen Faktor 10 vermindern.

Statistische Gesetze und die praktischen Konsequenzen

Die folgenden Überlegungen basieren auf der Annahme, dass eine Reinstwassermessung mit einem qualifizierten Partikelzähler erfolgt (ausreichend starke Laserlichtquelle, Nichtvolumetrisches Prinzip, aktuelle Gerätekalibrierung, etc.). Das Gerät hat den kleinsten Partikelkanal bei 0,05 µm, zumindest einen weiteren Kanal bei 0,1 µm und ein internes Messvolumen von 1 ml/min. Bei dem unterstellten Durchsatz von 1 ml/min braucht der Analysator zur realen Vermessung von einem Liter Probewasser zirka 16,5 Stunden. Nun liegt der gedankliche Ansatz sehr nah, nur einen Bruchteil dieser Zeit tatsächlich zu messen und den Messwert durch Multiplizieren einfach "hochzurechnen" (z. B. bei einer Messzeit von 10 Minuten das Ergebnis mit dem Faktor 100 zu multiplizieren). Diese Vorgehensweise verbietet aber die grundsätzlich gültige Zählstatistik für seltene Ereignisse. Es ist eine ganz fundamentale

Erkenntnis, dass die Zählstatistik bei jedem Partikelzähler einer Poissonverteilung folgt.

Gleichung 2

$$W(x, m) = \frac{e^{-m} m^x}{x!}$$

W: Wahrscheinlichkeit (in Abhängigkeit der Variablen x und m) für ein Messergebnis
 m: Mittelwert – über viele Messungen ermittelt
 x: Messwert, dessen Wahrscheinlichkeit zu berechnen ist (x = 0, 1, 2, 3,)

Rechenbeispiel 3

Die Partikelbelastung einer Reinstwasseranlage sei schon sehr gut bekannt. Eine kontinuierliche Beobachtung über einen sehr langen Zeitraum (etwa eine Dauermessung über einen Monat) ergab ein Langzeitmittel, immer knapp unter dem Spezifikationswert von 500 Partikeln/l (bei 0,05 µm). Mithin ist für den Anlagenbetreiber die Welt in Ordnung und er geht zu recht davon aus, dass bei einem Messtakt von 10 Minuten im Mittel 5 Partikel ausgewiesen werden. Bezeichnen wir diesen 10 Minuten Mittelwert gemäß Gleichung 2 mit "m". Leider gibt es nun auch eine Wahrscheinlichkeit dafür, dass ein 10 Minuten Messtakt größere x Werte liefert. Der Anlagenbetreiber hat, gemäß Gleichung 2, nicht nur mit einer Wahrscheinlichkeit von 6, 7, 8... Partikeln je Messzyklus zu leben. Zusätzlich muss er eine relative Abweichung der apparativen Zählereffizienz von +/- 20% tolerieren und einplanen. Unter Berücksichtigung der +/- 20% Toleranz würde die 2fache Grenzwertüberschreitung eine Alarmierung auslösen.

Für dieses Zählereignis von 7 Partikeln ergibt sich eine absolut praxisrelevante Wahrscheinlichkeit $W(7,5) = 10,4\%$. Selbst für die nächst höhere Grenzwertüberschreitung $W(8,5)$ ergeben sich noch beachtliche 6,5%.

Insgesamt beträgt die Wahrscheinlichkeit für signifikante Grenzwertüberschreitungen jeglicher Art 23,8% (rechte Hälfte in Abbildung 6).

Der Betreiber der Wasseranlage braucht aber einen Ausweg aus der mit Gleichung 2 beschriebenen "Statistikfalle". Der sinnvollste Ansatz ist die herstellereitige Erhöhung des stetig vermessenen Probevolumens. Den aktuellen Stand der Technik für 0,05 µm Wasser OPZ definiert das System aus Abbildung 5 mit einem echten Mess-

volumen von 3,75 ml/min. Da ein solcher Zähler die Möglichkeit zur Korrektur der Nullzählrate mitbringt, ist eine Erhöhung des Messintervalls auf 20 Minuten akzeptabel.

Rechenbeispiel 4

Das Rechenbeispiel mit einem Grenzwert von 500 Partikeln (pro Liter, bei 0,05 µm) ergibt nun einen maximalen Erwartungswert von (abgerundet) 37 Partikeln im 20 minütigen Messzeitraum. Eine Alarmschwelle setzt vernünftigerweise erst bei Zählereignissen ein, die jenseits des +/-20% Fehlerbandes liegen – also bei $W(45,37)$. Diese Grenzwertverletzung hat eine Wahrscheinlichkeit $W(45,37) = 2,6\%$. Die gesamte Wahrscheinlichkeit für Grenzwertüberschreitungen jeglicher Art beträgt nur noch 11,1% (rechte Hälfte in Abbildung 7).

Fazit

Im Reinstmedienbereich bietet die Optimierung des Messzellendurchsatzes die besten Chancen, unerwünschte Grenzwertverletzungen durch die Zählstatistik eines Partikelzählers zu vermeiden. Nur in Verbindung mit einer Nullzählraten Kompensation können Messzeiten maßvoll erhöht und die Zählstatistik weiter verbessert werden. Auch im denkbar günstigsten Fall muss im Reinstmedienbereich weiterhin mit Grenzwertüberschreitungen gerechnet werden, die ausschließlich auf Effekten der Zählstatistik beruhen. Diesen unvermeidlichen Überschreitungen muss eine sinnvolle Festlegung des anlagenspezifischen Grenzwertes Rechnung tragen. Im Bereich der ISO Reinräume ist für alle Reinräume ab ISO Klasse 3 die Zählstatistik zu vernachlässigen.

Literaturverzeichnis und Quellenangaben sind auf Anfrage erhältlich.

KONTAKT

Jörg Dressler
 PMT Partikel-Messtechnik AG, Heimsheim
 Tel.: 07033/5374-0
 Fax: 07033/5374-22
 j.dressler@pmt-ag.com
 www.pmt-ag.com