

Este exemplar corresponde à redação final da tese de doutorado do Sr. Florêncio Fontecilla Alcalde, defendida e aprovada pela Comissão Julgadora em 20 Dezembro de 1988  
Campinas, 10 de março de 1989

Carl Altmann

ESTUDO DE MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO  
DE CONTAMINAÇÃO EM PROCESSOS DE  
FABRICAÇÃO EM " SALAS LIMPAS " .

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE CAMPINAS

ESTUDO DE MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DE CONTAMINAÇÃO  
EM PROCESSOS DE FABRICAÇÃO EM " SALAS LIMPAS " .

FLORÊNCIO FONTECILLA ALCALDE

Orientador : Prof. Dr. Carlos A. Ribeiro  
Inst. Física W. Bataglin  
Universidade de Campinas

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia  
de Campinas - Unicamp - como parte dos re-  
quisitos para obter o título de DOUTOR EM  
ENGENHARIA.

Dezembro de 1988.

UNICAMP  
BIBLIOTECA CENTRAL

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE CAMPINAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Tese de: Doutorado

Título da tese: Estudo de métodos de caracterização de  
contaminação em processos de fabricação  
em Salas Limpas.

Autor: Florêncio Santiago Fontecilla Alcalde

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Ribeiro

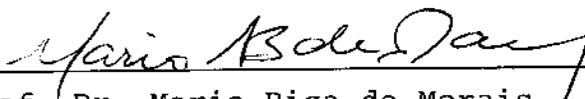
Aprovada por:



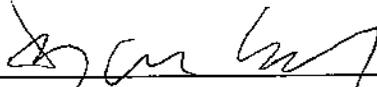
Prof. Dr. Carlos Alberto Ribeiro



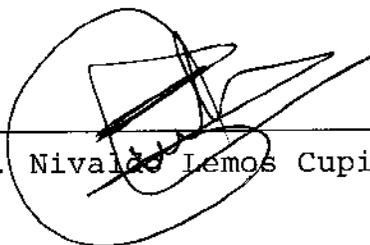
Prof. Dr. Maria Helena Robert



Prof. Dr. Mario Bica de Moraes



Prof. Dr. Victor Baranauskas



Prof. Dr. Nivaldo Lemos Cupini

## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Professor Dr. Carlos Alberto Ribeiro a sua orientação, dedicação e auxílio para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos colegas do Technology Assurance Lab, da IBM-San José, California, Dr. Andrew Yen, Dr. Charles Wang, Dr. Fred Eng, e a Garvin J. Stone, pela cooperação no uso dos Laboratórios de Microscopia Eletrônica e de Química.

Quero agradecer também aos colegas do Hardware Technology Center, Armando Estevão e Flávio Salles pela preciosa ajuda no Laboratório Fotográfico e Óptico, e a Marcos Arancibia, do Software Technology Center de IBM-São Paulo, pela ajuda nos programas de computação, assim como a Antonio Machado Oliveira, do Head and Disk Assembly, pela valiosa ajuda nos sistemas gráficos.

Ainda, quero agradecer à IBM-Brasil pela oportunidade recebida para poder completar a pós-graduação durante as horas de serviço.

A mi esposa, Soledad. A mis hijos  
María Isabel y Felipe. Por todas  
las horas que robé de ellos.

O título de Doutor não corta as nossas orelhas.  
Só as esconde um pouco.

## R E S U M O

Neste trabalho foi verificado experimentalmente as condições imperantes nos processos de fabricação em "Salas Limpas" no que se refere à geração de contaminantes que influenciam estes processos.

Para tanto foram projetados 30 experimentos representativos dos principais fatores que afetam os processos no que se refere a contaminação: sala, instrumentos, materiais de consumo, e fator humano ( operadores ). Para a amostragem foram desenvolvidas técnicas de coleta através de decantação de partículas aéreas em pastilhas de silício e filtragem por filtros de porosidade sub-micrométricas em meios secos e úmidos. As análises foram feitas por métodos ópticos, eletrônicos e raios laser, utilizando aparelhos normais de laboratório, entre eles microscópio eletrônico de varredura, raios X, Analisador de Imagens e contadores de partículas sub-micrométricas utilizando raios laser.

Os resultados mostram-se adequados em todos os aspectos analisados: os novos métodos de amostragem são viáveis e as análises através de técnicas de laboratório já conhecidas mostram ser adequadas aos objetivos do trabalho.

A comparação de alguns produtos para processos limpos de origem nacional e estrangeira mostra a necessidade do desenvolvimento de materiais para estes produtos e processos destinados a eliminação de contaminantes, face a entrada do nosso país na fabricação de circuitos integrados e montagem de sistemas de leitura e gravação de computadores, bem como outras tecnologias onde se faz necessário o controle do ambiente para seu desenvolvimento.

# I N D I C E

## CAPITULO 1.- INTRODUÇÃO.....1

---

## CAPITULO 2.- A TECNOLOGIA DAS SALAS LIMPAS

---

2.1 Histórico.....	9
2.2 Os graus de limpeza.....	12
2.3 As Salas Limpas atuais.....	14

## CAPITULO 3.- CARACTERÍSTICAS E COMPORTAMENTO DAS PARTICULAS

---

3.1 A forma das partículas.....	25
3.2 A deposição das partículas em superfícies.....	29
3.3 A adesão das partículas nas superfícies.....	37

## CAPITULO 4.- PARTE EXPERIMENTAL

---

Introdução.....	44
4.1. Caracterização da contaminação na Sala Limpa.....	48
<hr/>	
Exp. 1.- Coleta de partículas aéreas depositadas.....	50
Exp. 2.- Análise qualitativa das partículas decantadas.....	55
<hr/>	
4.2. A contaminação gerada pelas vestimentas.....	66
<hr/>	
Exp. 3.- Quantificação óptica dos contaminantes.....	67
Exp. 4.- Quantificação por contagem eletrônica.....	69
Exp. 5.- Determinação de compostos iônicos.....	71
Exp. 6.- Extração de resíduos sólidos.....	73

4.3. A contaminação retida pelas mascaras protetoras.....76  
-----

- Exp. 7.- A retenção de partículas geradas por fumantes.....78
- Exp. 8.- A geração de partículas por tosse, sem mascara.....79
- Exp. 9.- A geração de partículas por tosse, com mascara.....80

4.4. Ensaio feitos nas luvas dos operadores.....83  
-----

- Exp. 10.- Material depositado por contacto em superfícies.....84
- Exp. 11.- Analise estrutural das superfícies das luvas.....86
- Exp. 12.- Analise quantitativo de limpeza .....87
- Exp. 13.- Analise qualitativa da limpeza.....90
- Exp. 14.- Caracterização das partículas metálicas.....91
- Exp. 15.- Extração de partículas inorgânicas.....93
- Exp. 16.- Analise óptica das partículas superficiais.....94
- Exp. 17.- Analise de perda de material por uso de solventes...96

4.5. A contaminação gerada por tecidos limpadores  
-----

- Exp. 18.- O grau de limpeza.....106
- Exp. 19.- Geração de partículas por tensão/compressão.....107
- Exp. 20.- Geração de partículas por passagem de ar.....108
- Exp. 21.- Absorção de líquidos.....109
- Exp. 22.- Extração de resíduos por ação de solventes.....110
- Exp. 23.- Determinação de compostos iônicos.....111

4.6. A contaminação gerada por cotonetes de limpeza  
-----

- Exp. 24.- O grau de limpeza.....120
- Exp. 25.- Absorção de líquidos.....122
- Exp. 26.- Extração de resíduos por ação de solventes .....123
- Exp. 27.- Determinação de compostos iônicos.....124

4.7. As partículas geradas por parafusadeiras elétricas  
-----

- Exp. 28.- Geração de partículas.....129
- Exp. 29.- Caracterização das partículas geradas.....132

4.8. As partículas contidas nas embalagens.....	137
-----	
Exp. 30.- Quantificação das partículas.....	138
CAPITULO 5.- CONCLUSÕES FINAIS.....	142
-----	
CAPITULO 6.- BIBLIOGRAFIA.....	144
-----	
CAPITULO 7.- APÊNDICE.....	147
-----	

# C A P I T U L O 1

## INTRODUÇÃO

Já há algum tempo a informática vem adentrando os mais diversos setores da vida cotidiana no sentido de manipular informação. Este fato vem pois acarretando uma necessidade de registro e processamento de informação cada vez maior, pelo que o desenvolvimento tecnológico procura acompanhar estas necessidades através da criação de sistemas computacionais, ou através da modificação dos sistemas em uso.

Os componentes que configuram os sistemas de leitura e gravação de discos são componentes mecânicos: basicamente tratam-se de bases fundidas, cabeças de leitura e gravação, discos, magnetos, motores, além de peças gerais comuns a todos os conjuntos mecânicos, isto é, parafusos, porcas, arruelas, etc.

Na fabricação destes sistemas de processamento de dados, um dos mais críticos parâmetros no que se refere a tolerâncias é a interface entre a cabeça de leitura e gravação e o meio magnético do disco, uma vez que esta interface entre cabeça e disco magnético é usualmente da ordem de 0.2 a 0.5 micron (1). Se interpretarmos esta referencia para termos mais palpáveis, o movimento da cabeça de gravação e leitura por cima do disco correspondem proporcionalmente a altura e a velocidade com que se movimenta, através do espaço, um avião a jato à velocidade de cruzeiro, isto é, 800 quilômetros por hora, a apenas uma altura de 2 centímetros do chão (2).

Desta maneira, partículas tão pequenas como cabelo, fumaça ou impressões digitais podem produzir verdadeiros desastres ao provocar choques com a cabeça, e desta maneira danifica-la, pois esta é altamente sensível devido a seu pequeno tamanho. Estas partículas também podem provocar o apagamento de sinais no disco.

Na Fig. 1 podem-se observar os tamanhos relativos de alguns dos possíveis contaminantes que, de maneira ordinária poderiam provocar defeitos: cabelos humanos, partículas de pó, partículas de fumaça e impressões digitais.

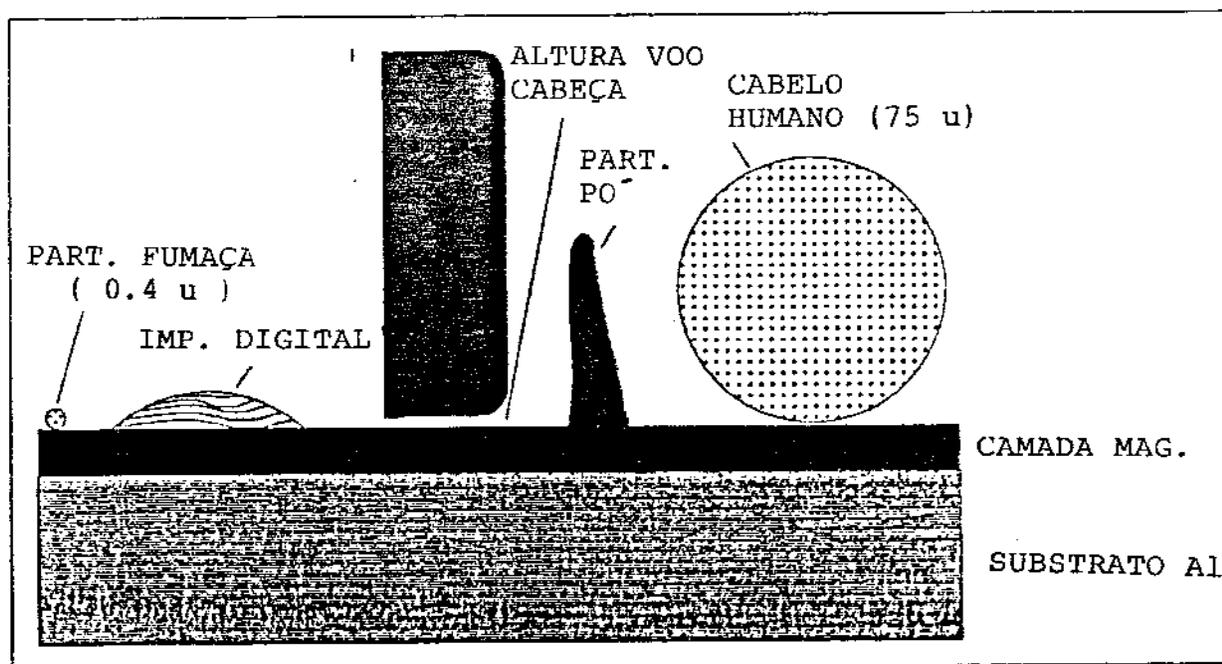


Fig. 1.- Tamanhos relativos de contaminantes e altura de vôo da cabeça de leitura/gravação, conforme Viswanadham (1).

A maioria dos filmes que são utilizados nos discos rígidos de gravação hoje em dia são fabricados com grãos de óxido de ferro, dispersos numa matriz de material orgânico. Desenvolvimentos recentes na tecnologia de filmes finos utilizados na gravação de grandes volumes de informação tem gerado uma certa consciência no que se refere à degradação de materiais e à contaminação e desta maneira, os processos de fabricação destes equipamentos estão sendo desenvolvidos com um severo controle de contaminação.

Também, o filme fino utilizado na tecnologia da fabricação da cabeça de leitura e gravação destes sistemas representa um processo similar ao utilizado nos semicondutores, onde cada camada é sensível à diversas formas de contaminação, devido ao mesmo processo e ao tamanho dos componentes.

No tocante a fabricação de dispositivos eletrônicos, especialmente do tipo de " Integração de Componentes em Alta Densidade " ou VLSI ( " Very Large Scale Integration " ), a contaminação pode ser tanto ou mais critica. Nos últimos anos, a densidade de circuitos nas pastilhas de circuitos integrados tem crescido de forma acelerada, como pode ser visto na Fig. 2 , o que torna mais e mais crítico o problema da contaminação, uma vez que as micro-partículas podem ser responsáveis pelo estabelecimento de pontes de contato entre dois micro-circuitos ou produzir isolamentos indesejáveis.

Na Fig. 2 podemos observar o desenvolvimento da tecnologia de fabricação de circuitos integrados ( DRAM, Dynamic Access Random Memory, ou Memória Dinâmica de Acesso Aleatório ) através do anos conforme Fisher (3).

Nas Figuras 3 e 4 podemos observar o crescimento acelerado da densidade de circuitos micro-eletrônicos com respeito a miniaturização dos componentes e a redução da espessura das camadas de Óxido desde 1972 para a tecnologia de circuitos DRAM, conforme Fisher (3). Para outros autores, (4), em 1990 a fabricação de micro-circuitos demandará a utilização de processos de Integração de Componentes em Ultra Alta Densidade, ou ULSI ( Ultra Large Scale Integration ), incorporando tamanhos de circuitos de 0.5 a 1.0 1.0 micron horizontalmente por 100 Angstroms ou menos, verticalmente.

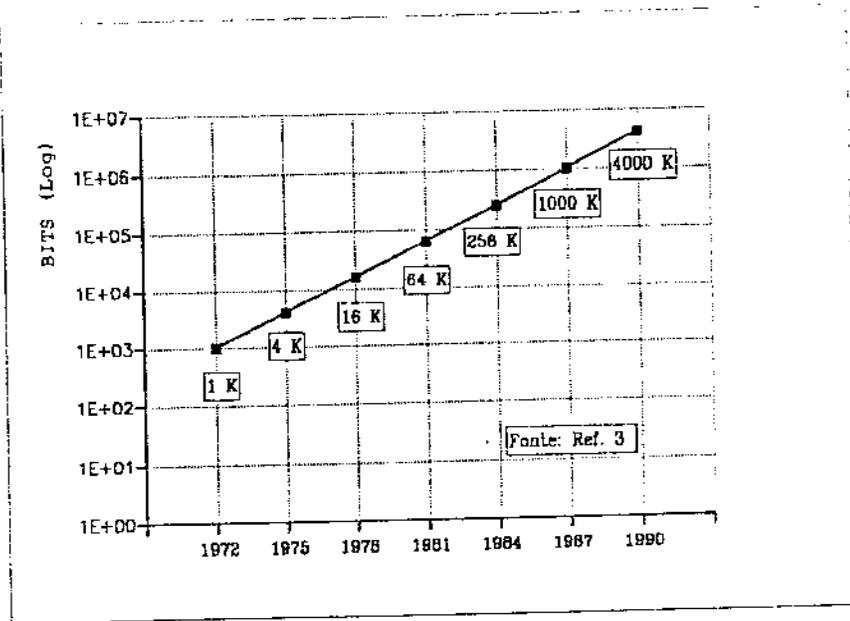


Fig. 2.- O avanço da tecnologia de fabricação de circuitos integrados (DRAM), conforme Fisher (3).

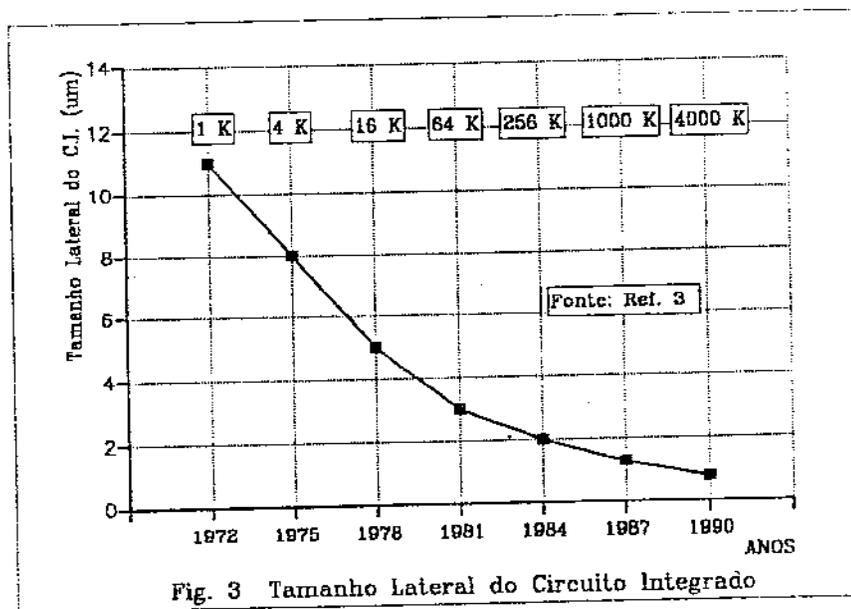


Fig. 3 Tamanho Lateral do Circuito Integrado

Fig. 3.- O crescimento da densidade de circuitos respeito da sua diminuição em tamanho.

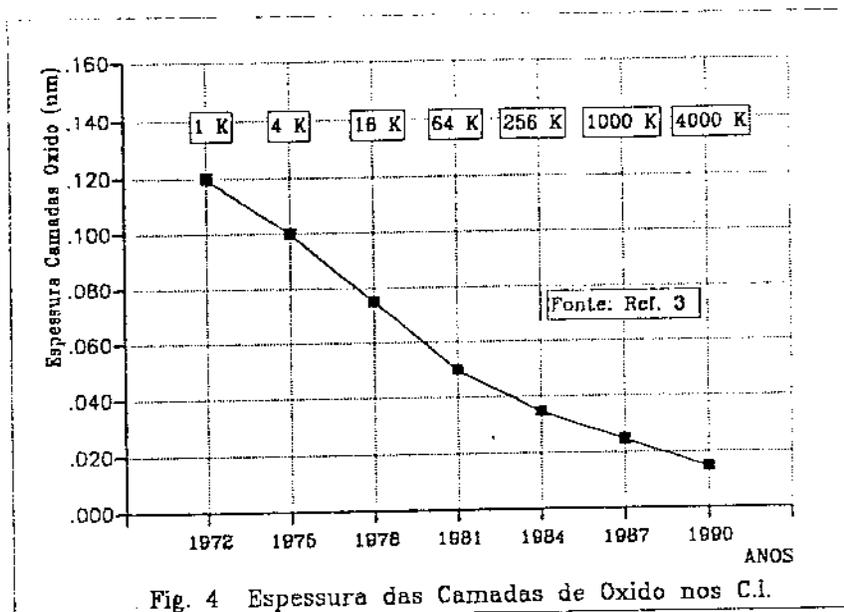


Fig. 4 Espessura das Camadas de Oxido nos C.I.

Fig. 4.- Diminuição das camadas de óxidos nos circuitos integrados

Também, durante o processo de fabricação, partículas podem provocar defeitos, como por exemplo não permitindo uma total cobertura das superfícies pelo filme fino, de maneira que a área por baixo da partícula não fique uniforme ou não fique depositado o filme. Ou, poderia provocar defeitos ou marcas ao ser diretamente impressa. Também, se a partícula tiver uma origem química, poderia gerar algum tipo de contaminação afetando a superfície da pastilha de silício.

Em geral todos os defeitos causados por partículas são resultado de ações físicas entre a partícula e o semiconductor durante o processo de fabricação, dependendo também do tamanho da partícula. Generalizando, pode ser considerada como causadora de defeitos uma partícula até 10 vezes menor que o tamanho do circuito, isto é uma partícula de 0.1 micron poderia danificar um circuito 1.0 micron.

Neste contexto, pode ser citado que em 1986 a industria americana de micro-circuitos desenvolveu processos nos quais a quantidade de partículas maiores de 0,5 micron especificada é 0.1 partícula por cm<sup>2</sup>.

Projetando para o futuro, Baker e Fishkin (5), quantificam estas densidades de partículas máximas permitidas para 1988 como 0,05 em cada cm<sup>2</sup>, e sendo de tamanho menor, de 0,3 micron. Isto é, em dois anos é esperado desenvolver processos de fabricação onde o tamanho das partículas presentes permitidas é a metade, e sua quantidade dez vezes menor.

Do ponto de vista de produção, a contaminação por partículas que produzem defeitos apresenta altos índices de rejeição (ou baixos "yields") durante a produção dos circuitos integrados, sendo identificado por Rapa (6) que esta rejeição alcança a 18 % do total de circuitos integrados fabricados na indústria americana.

Este mesmo autor estima que, de acordo com estudos sobre valores reais de análise de falhas de circuitos integrados no campo, isto é montados nos produtos finais, até 67 % das falhas estariam relacionadas com contaminação micrônica e sub-micrônica.

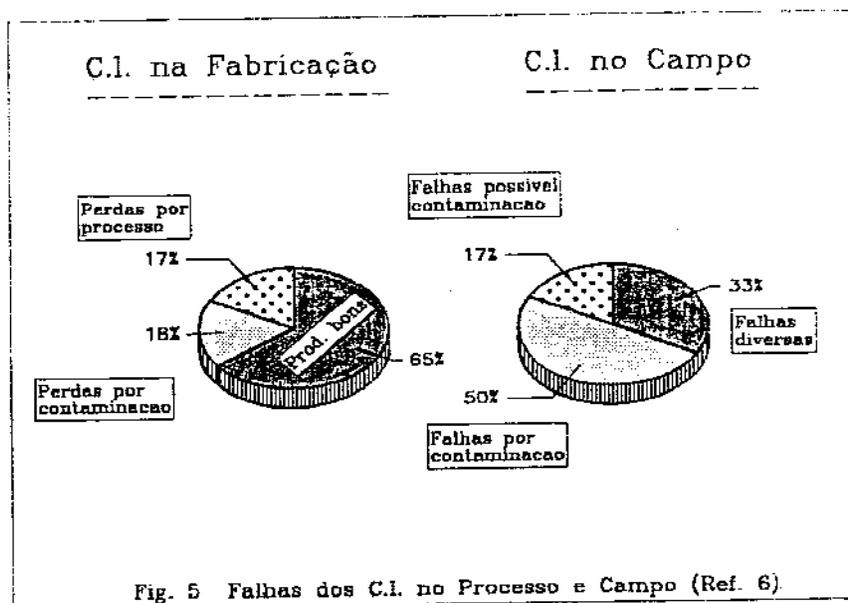


Fig. 5.- Causas das falhas dos circuitos integrados durante a fabricação e no campo, conforme Rapa (6).

Outro autor, Hoenig (7), também estima que as rejeições inerentes a contaminação por micro-partículas durante o processo de fabricação estão atingindo valores altos, da ordem do 50 %. Estes valores concordam plenamente com as afirmações de Rapa, uma vez que este estimou 18 % sobre o total fabricado, com um rendimento de 65 %.

Gunawardena (8), por outro lado, estima que nos processos de fabricação de pastilhas de silício onde serão posteriormente impressos os circuitos, 80 % estarão em condições de serem utilizadas posteriormente na impressão. Dos circuitos fabricados, somente 20 a 60 % satisfazem o controle de qualidade, dependendo da maturidade do processo.

Com referência aos custos de fabricação, Gunawardena estima que para uma fábrica típica americana, o custo de uma pastilha de silício é aproximadamente de 156 dólares, e para cada circuito integrado pronto o custo seria de 1,3 dólares por unidade, tomando-se como base uma produção de 12.800 pastilhas de silício por mês e 120 circuitos integrados aprovados por pastilha, considerando-se uma taxa de rejeição de 40 %.

Desta maneira pode ser visto a grande importância do controle da contaminação nos processos de fabricação de alta tecnologia, uma vez que a contaminação influi diretamente nos três parâmetros mais importantes de qualquer produto: o rendimento da produção, os custos de produção e a garantia de funcionamento do produto.

Pouco é conhecido, no entanto, sobre a contaminação e suas influências nos processos onde o controle dos contaminantes é fundamental. A literatura relacionada ao tema é muito escassa, por dois motivos principalmente: a tecnologia de controle de contaminação é relativamente nova e, por outro lado, faz parte do que a indústria considera " sigilo industrial " devido a que seu desenvolvimento é de elevado custo e requer de pessoal altamente especializado, com conhecimentos profundos do produto que se está processando e conhecimentos específicos na área de contaminação.

No Brasil, o controle de contaminação em processos produtivos está nascendo. Ele vem sendo aplicado já há alguns anos, de forma limitada, pela indústria farmacêutica na produção de remédios e vacinas e pela indústria de alimentos, na produção de produtos não perecíveis a curto prazo.

Por outro lado, o desenvolvimento tecnológico acelerado em algumas áreas como a informática, óptica e mecânica fina destinada a fabricação de satélites e armamentos sofisticados depende de um desenvolvimento paralelo da tecnologia de controle de contaminação, sem a qual será impossível obter a qualidade, confiabilidade e segurança dos produtos fabricados.

Assim, este trabalho se propõe como objetivo principal iniciar o estudo e o desenvolvimento da tecnologia de controle de contaminação no Brasil. Para tal, nos capítulos seguintes, é feita uma apresentação das características principais dos processos chamados de " Processos Limpos ", os locais onde são desenvolvidos e a problemática que atinge a todos eles: a geração de contaminantes.

Dentro do objetivo proposto, o trabalho apresentado mostrará um estudo teórico-experimental sobre o comportamento das partículas nos locais de processamento de produtos nos quais o controle da contaminação é mandatória, determinando o grau de contaminação do produto e identificando as fontes geradoras desta contaminação.

Na procura de resultados experimentais, são desenvolvidas novas técnicas de amostragem e viabilização de métodos de ensaio para quantificar, analisar e identificar estes contaminantes. São estudados comparativamente diferentes materiais utilizados por artigos de uso comum em processos " limpos ". Finalmente, são analisados métodos internacionalmente utilizados para quantificar contaminantes, propondo-se modificações mais de acordo com as tecnologias disponíveis hoje em dia, no país.

## C A P I T U L O 2

---

### A TECNOLOGIA DAS SALAS LIMPAS

#### 2.1.- Histórico

A primeira ciência que reconheceu a necessidade de se ter ambientes controlados foi a medicina, através de Sir Joseph Lister, que demonstrou em 1865 que a utilização de procedimentos nos quais incluíse a acepsia, conduzia a uma diminuição de mortes pós-operatórias. Nesse caso, as fontes que provocavam as infecções eram determinadas pela contaminação do ar da sala, do cirurgião e do seu instrumental, sendo que, sem o controle destas fontes de contaminação, a infecção era praticamente inevitável.

Na virada do século, foram desenvolvidos novos hospitais e novos sistemas de limpeza que ajudaram a diminuir mais ainda estas infecções pós-operatórias, principalmente na área de controle de ambiente, e com o desenvolvimento de novos sistemas de filtragem de partículas, mais adequados, pois estes, inicialmente, tinham sido utilizados como proteção contra gases venenosos, na Primeira Guerra Mundial.

Durante a Segunda Guerra Mundial, a necessidade de áreas mais limpas nas linhas de montagem de micro-rolamentos, giroscópios, sistemas mecânicos de bombas e outros materiais de guerra se fez mais evidente, já que partículas da ordem de alguns micrômetros podiam interferir nos seus funcionamentos.

As primeiras indústrias nos E.U.A. a utilizar sistemas de controle de ambientes foram justamente as dedicadas a suprir às Forças Armadas, materiais bélicos. Estas também foram as primeiras a utilizar produtos de limpeza em seus componentes e ar condicionado nas linhas de teste, tendo excelentes resultados de qualidade.

Depois de extensas pesquisas feitas pelo "Chemical Warfare Service" para desenvolver uma máscara efetiva contra gases, foi fabricado um filtro de papel com quase 100 % de eficiência, para partículas sub-micrométricas, o H.E.P.A. ( High Efficiency Particulate Filter). Porém, este filtro foi classificado como de uso restrito dos militares, sendo utilizado, este papel, exclusivamente em experiências de caráter bélico.

O segundo tipo, o fluxo laminar horizontal, utiliza filtros do tipo absoluto numa das paredes, por onde sai o ar paralelamente ao piso e do lado oposto, na outra parede existem aberturas para circular o ar. Em alguns casos o ar circulante é reciclado.

Durante 1963, foi criado o Federal Standard 209 e que está em uso até hoje, sendo que pela primeira vez num procedimento se especificam requisitos mínimos de limpeza aceitável e se padronizam conceitos de contaminação.

Em 1961 nasce a AACC, American Association of Contamination Control, que presta valiosos serviços descrevendo procedimentos utilizados no programa espacial americano.

Pela primeira vez, no ano de 1965, no Bataan Memorial Hospital, de Albuquerque, E.U.A., é utilizado o fluxo laminar, marcando um importantíssimo passo no controle de infecções nas salas cirúrgicas e que rapidamente iria a se expandir por todo o mundo.

Em 1972, nasce em Chicago o Institute of Environmental Science, suporte vital dos estudos sobre contaminação, não só nos E.U.A. como no mundo todo. Durante 1978 este Instituto auspiciou o International Committee of Contamination Control Societies, ICCCS, com a reunião de mais de 500 cientistas e engenheiros de 15 nações, que apresentaram mais de 100 trabalhos a respeito de contaminação e seu controle.

Durante 1980, um novo filtro de ar sub-micrônico é desenvolvido, o HEPA de 0,1 micron, estabelecendo-se uma corrida tecnológica entre Japão e E.U.A. no controle de contaminantes. No mesmo ano é criada a American Association of Aerosol Research, também destinada às pesquisas na área de contaminação do ambiente.

## 2.2.- Os grãos de limpeza

De acordo com a contaminação interna, isto é o número de partículas que as Salas Limpas possuem, estas são classificadas em três tipos conforme o Federal Standard 209-B (9), que classifica e normaliza as Salas Limpas quanto ao número de partículas permitidas no seu interior.

Cada classe de limpeza, como mostra a Tabela 1, determina o número máximo de partículas aceitável por unidade de volume - pé cúbico no sistema inglês e litros no sistema métrico - para partículas de 0.5 micron e 5.0 micra.

CLASSE		Máximo número de partículas por pe3 (lt):	
Sist. Inglês	Sist. Métrico	0.5 Micron ou maiores	5.0 Micra ou maiores
100	3.5	100 (3.5)	< 10
10,000	350	10.000 (350)	65 (2.3)
100,000	3500	100.000 (3500)	700 (25)

Tabela 1. Classes de limpeza do ar conforme o F. Standard 209-B

A Figura 06 mostra as quatro classes de salas limpas e estações de trabalho, de acordo com a curva de distribuição do tamanho de partículas. O Federal Standard 209-B recomenda para a sua contagem a utilização de equipamentos baseados no princípio de dispersão da luz (light scattering) para partículas menores de 5.0 micra e a contagem óptica em microscópios para as maiores.

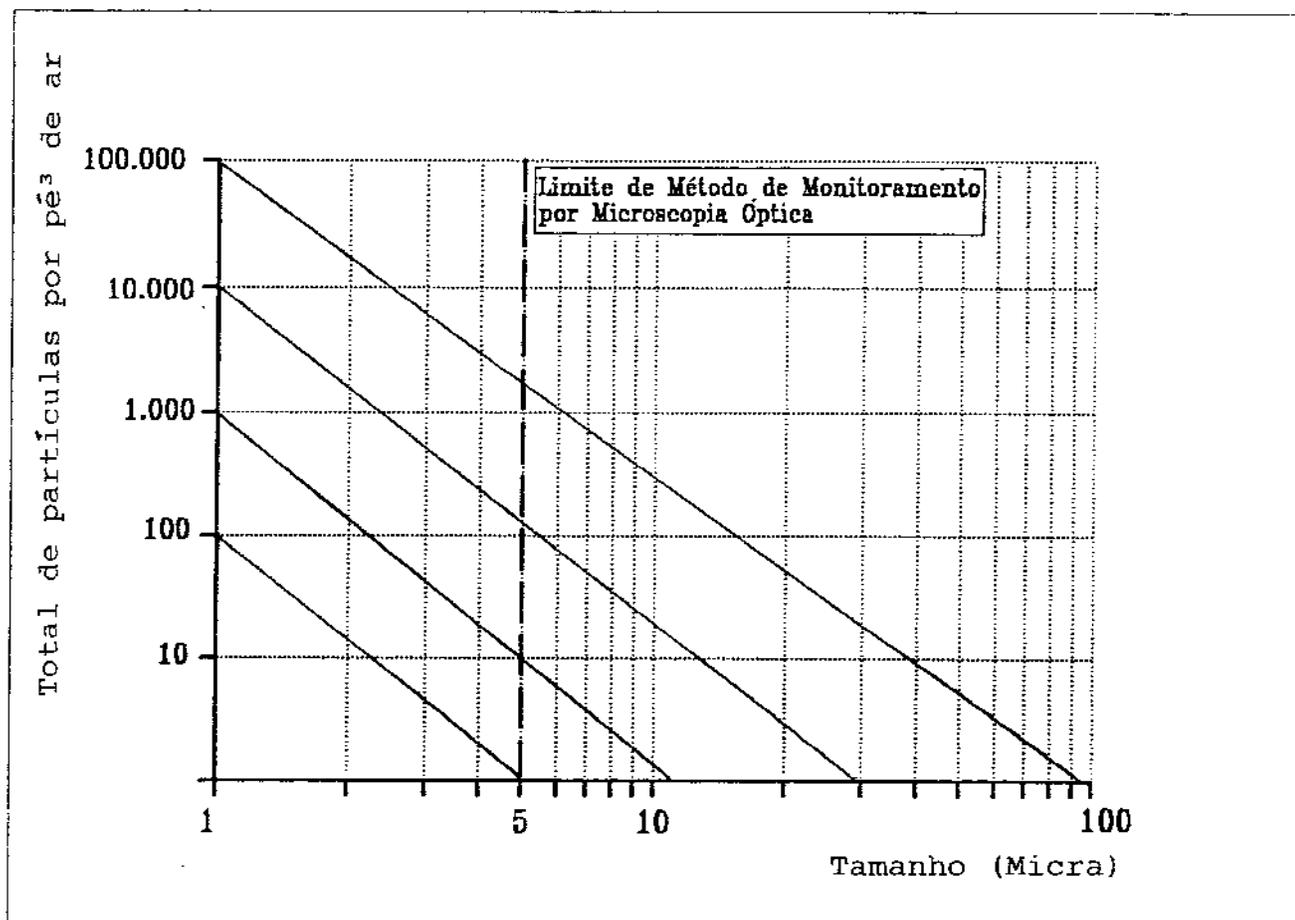


Fig. 6 - Distribuição do tamanho das partículas nas Salas Limpas, conforme o Federal Standard 209-B

### 2.3.- As Salas Limpas atuais

Em geral, hoje em dia as salas limpas utilizadas pela indústria, mecânica fina, micro-eletrônica, farmacêutica e espacial são projetadas para atender as recomendações do Federal Standard 209-B. Esta norma americana classifica os lugares de trabalho interno de acordo com a quantidade de partículas no seu ar interior, como foi comentado anteriormente. A seguir, uma breve descrição das diferentes salas e seus tipos de fluxo de ar.

#### A.- As Salas Limpas de Fluxo Não-Laminar

Estas foram as primeiras Salas Limpas a serem utilizadas e seu funcionamento depende de um fluxo de ar filtrado pelo forro, saindo pelas cavidades perto do chão, sendo sua principal característica a velocidade do ar não uniforme.

O ar destas salas é renovado aproximadamente de 15 a 20 vezes por hora e geralmente são usados filtros HEPA na entrada dos dutos, onde deve existir um bom balanceamento para manter pressão positiva dentro da sala e assim evitar a entrada de partículas pelas frestas das portas.

Normalmente as salas de fluxo não-laminar estão dentro do nível 100.000 (são permitidas, teoricamente até 100.000 partículas menores que 0.5 um por pé cúbico, podendo ser utilizadas para processar materiais não críticos a baixo custo e fácil manutenção. Por outro lado as salas de fluxo não-laminar estão limitadas quanto à limpeza devido a oportunidade que as partículas apresentam de se assentar nos objetos da sala como consequência do fluxo de ar lento e não regular.

## B.- As Salas Limpas de Fluxo Laminar

---

A principal característica deste tipo de sala é o fluxo de ar através de todo seu espaço, sendo este fluxo dirigido num só sentido e com velocidade uniforme da ordem de 30 m/min (10), mantendo-se no mesmo sentido, parede a parede (horizontal) ou forro a piso (vertical).

Dentro das vantagens principais pode-se notar o total controle do ambiente interno, através do controle da velocidade e direção do ar, elementos primordiais para manter este fluxo uniforme e assim levar as partículas com ele para fora da área crítica. O ar impulsionado pelos ventiladores permite trocar seu volume total em aproximadamente cada 6 segundos (11), reduzindo desta maneira a possibilidade de decantação de partículas.

Esta troca de ar, sendo aproximadamente umas 100 vezes mais rápida que a apresentada por salas comuns, onde se mantém espaços abertos para a circulação do ar, não permite a decantação de partículas. Por outro lado, este fluxo contínuo a alta velocidade também não permite o acúmulo de partículas flutuantes no ar, levando-as para o exterior pelos dutos de saída.

A classificação de acordo com o número de partículas gira em torno de classe 100 (até 100 partículas maiores de 0.5  $\mu$ m por  $\text{pê}^3$ ) para a maioria delas, uma vez que o grande volume de ar introduzido permite um maior controle do ambiente.

Poucas são as desvantagens deste tipo de sala, podendo ser mencionado o alto custo (potentes ventiladores, motores, dutos, etc) e a difícil manutenção dos filtros HEPA que utiliza, uma vez que, um filtro, ao perder a eficiência, obriga a um condicionamento total da sala devido à entrada de contaminantes pelo filtro fora da especificação.

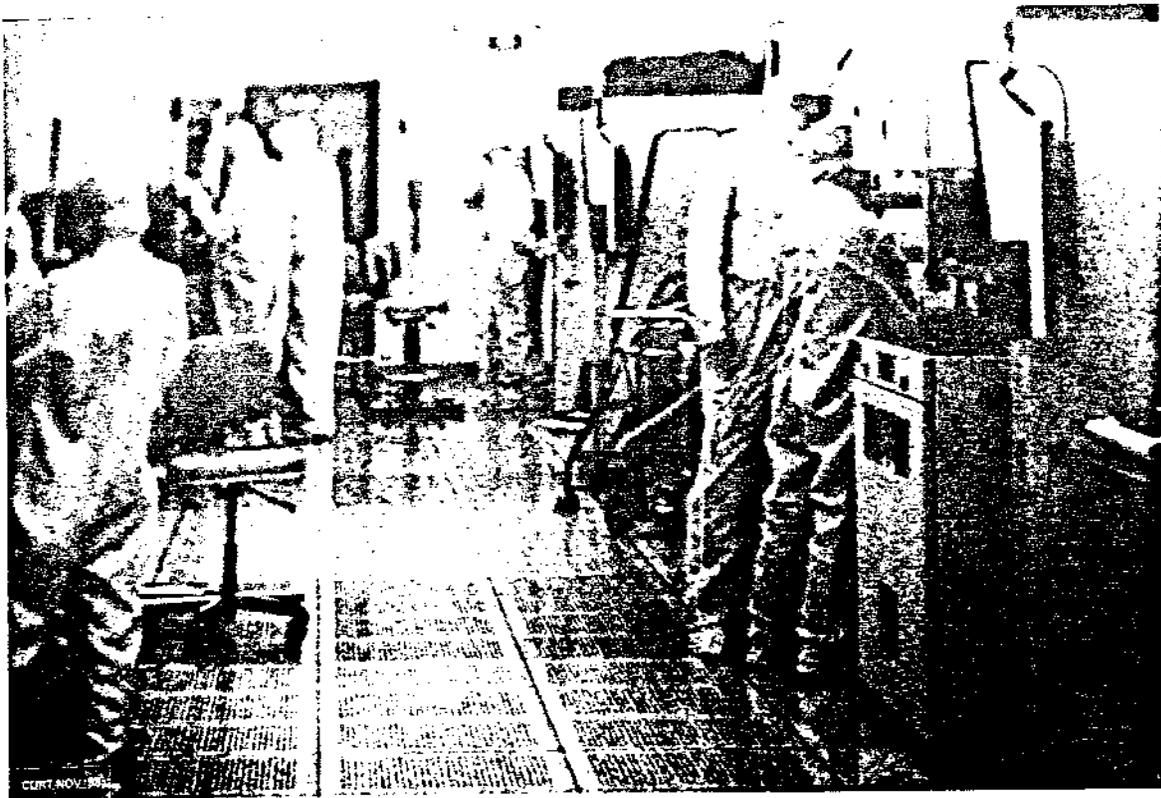


Fig. 7.- Sala Limpa Classe 100 durante um processo de fabricação típico.

## ii.- As Salas Limpas de Fluxo Laminar Horizontal

Estas salas são equipadas com uma parede totalmente coberta de filtros HEPA e uma parede oposta coberta de grades de extração por onde sai o ar. Esta é a única diferença entre as salas de fluxo laminar vertical e horizontal.

Este tipo de sala não pode ser classificada facilmente numa determinada classe, já que a contaminação no seu interior dependerá da quantidade de partículas que o operador gerou e que está sendo levada em direção paralela ao solo.

Em geral, as salas de fluxo laminar horizontal necessitam uma maior velocidade do ar quando comparadas com as de fluxo vertical, para que uma eficiência mínima seja mantida, já que, dependendo do tamanho da sala, poderia ser necessário que o fluxo de ar atravessasse distâncias maiores que as que o fluxo vertical, do forro ao piso. Assim, uma maior velocidade do ar assegura que as partículas em estado de suspensão, permaneçam suspensas e sejam transportadas pelo fluxo horizontal para fora da sala.

Uma característica negativa a ser notada é que a contaminação gerada pelas estações de trabalho poderia ser transportada para uma outra estação de trabalho, devido a que, sendo o fluxo horizontal, as partículas poderiam ser retidas em operações posteriores, isto é, entre a estação geradora de contaminação e a saída do ar.

## iii.- Outras Unidades Limpas

### As unidades de Cortinas de Fluxo Laminar Vertical

Estas unidades de cortinas foram desenvolvidas para utilização em unidade portátil com as mesmas características de limpeza que as salas permanentes, sendo que possui a vantagem de poder ser transportadas ao lugar onde se necessita. Este tipo de unidade utiliza o mesmo princípio de eliminação de contaminantes que as salas de fluxo laminar vertical, alcançando as características da classe 100.



Fig. 9 - Sala Limpa de Fluxo Laminar Horizontal

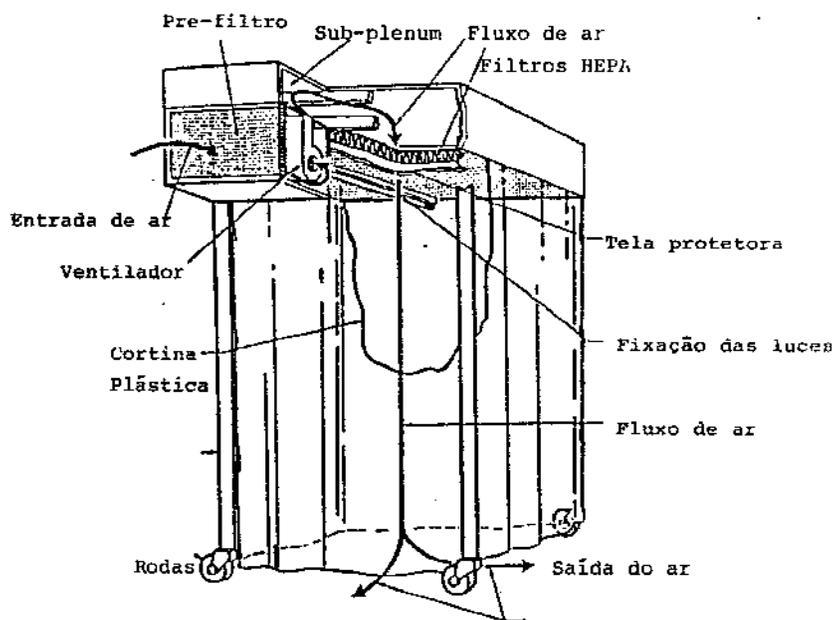


Fig. 10 - Unidade de Cortina de Fluxo Laminar Vertical

## As Cabines de Fluxo Laminar Vertical

As cabines de trabalho de fluxo laminar são variações do conceito das salas de fluxo laminar vertical, sendo que o fluxo é introduzido na parte superior através de filtros HEPA, permitindo que um fluxo de ar a velocidade uniforme se desenvolva verticalmente, sendo expelido por uma superfície perfurada ou por grades na parte inferior.

Possuem capacidade para operar com classe 100, porém seu espaço é reduzido, o que limita sua utilização à operações restritas, sendo assim só usada quando o processo permite, quando é possível colocar diversas cabinas juntas para a continuação do processo ou para a preparação de amostras em condições controladas.

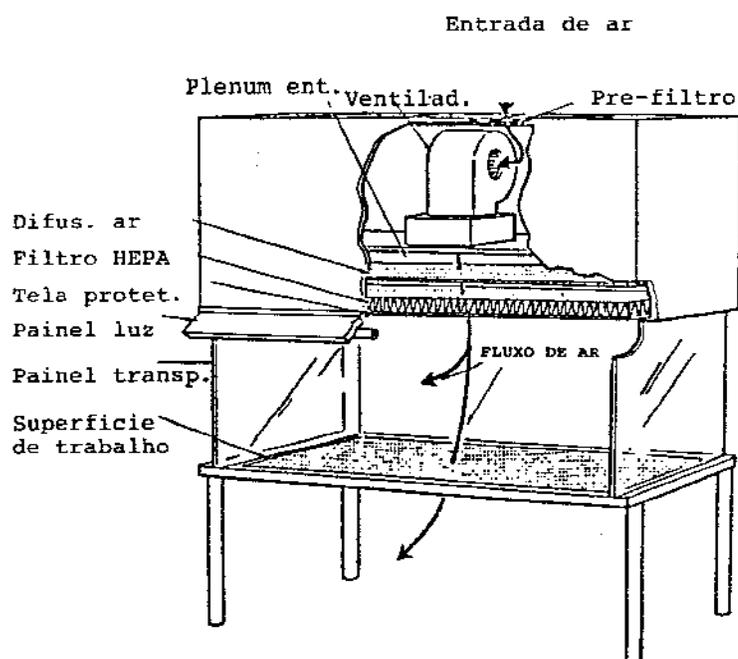


Fig. 11 - Cabine de Fluxo Laminar Vertical.

## As Cabines de Fluxo Laminar Horizontal

Da mesma maneira que as cabines de fluxo vertical, estas cabines geram zonas limpas localizadas. O ar passa através de filtros HEPA movimentando-se horizontalmente pela superfície de trabalho, sendo este um aspecto crítico de manutenção da cabine, pois a superfície de trabalho deve se apresentar sempre não-contaminante.

Existem certas limitações na utilização deste tipo de cabine, porque o monitoramento de pressão e velocidade do ar devem ser constantes para manter o nível de limpeza, porque os braços dos operadores podem produzir turbulências e deste modo atrair partículas do exterior da cabine.

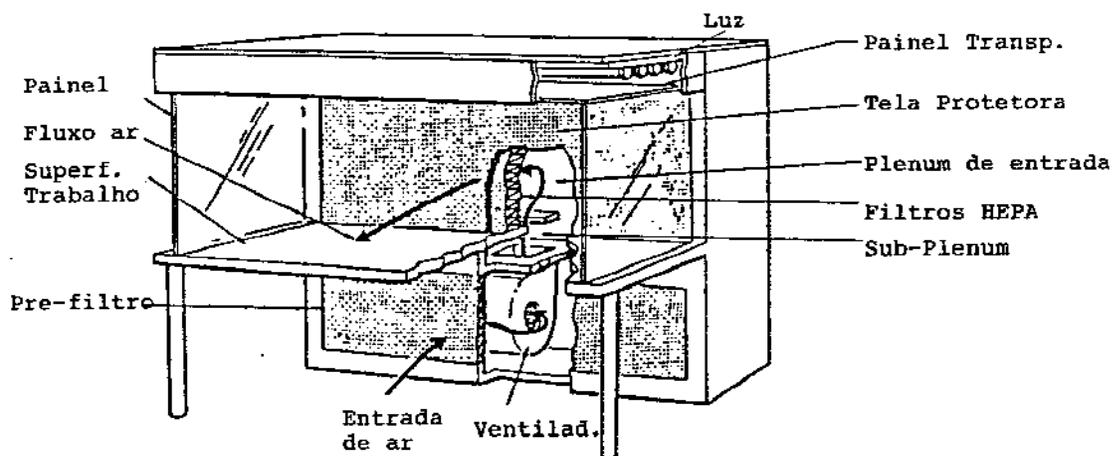


Fig. 12 - Cabine de Fluxo Laminar Horizontal

## Características de construção

Em geral, as salas limpas possuem formas de construção que não alteram as condições de classe, tamanho, tipo e fluxo de ar para as quais foram projetadas.

Uma das características fundamentais das salas limpas é a pressão interna positiva, para impedir a entrada de contaminantes cada vez que suas vias de acesso se comunicam com o exterior. Desta maneira, sendo aberta uma porta, um fluxo de ar sai através dela impedindo que as partículas do exterior entrem e contaminem a sala.

Como a maioria dos materiais usados comumente na construção civil tem algum grau de expansão e contração quando a temperatura e umidade variam, esta característica dos materiais poderia ser uma fonte potencial de introdução de contaminantes na sala, uma vez que os materiais ao expandirem-se ou contraírem-se poderiam formar aberturas, que, embora pequenas, permitiriam a entrada de partículas.

O interior das salas pode ser constituído de diversos materiais, geralmente plásticos não geradores de partículas e aços inoxidáveis, sendo estes usados em proporções que estão de acordo com as despesas de operação e manutenção da sala.

O alumínio e o aço inoxidável constituem os dois metais mais usados em salas limpas. A alta afinidade do alumínio por oxigênio permite oxidá-lo facilmente, obtendo-se uma alta resistência à corrosão quando anodizado. Porém, este material geralmente não é especificado para peças quando anodizado, uma vez que pode ser uma fonte contaminante da sala por desprender partículas ao ser lavado com ultrassom (12). As ferramentas, gabaritos e demais instrumentos são fabricados com aço inoxidável, que ademais de ter alta resistência corrosiva, não apresenta o problema de emitir partículas ao ser lavado com ultrassom.

Outro elemento, como o titânio, é altamente aceito nas salas limpas porque não precisa de tratamentos superficiais antes da sua introdução na sala, e por pesar quase a metade do aço. Os aços carbono não apresentam boa resistência à corrosão e como regra geral não são usados nas salas limpas, a menos que as superfícies expostas sejam seladas.

Em referência aos plásticos, A.B.S., Acetal, Acrílico, Nylon e Polipropileno, são muito usados por suas características de resistência aos materiais químicos, ao impacto, usinabilidade e alta transmissão da luz, sendo suas aplicações irrestritas. Também, o Policarbonato, Polipropileno, Poliestireno e Poliuretano são amplamente utilizados devidos as características de pouco peso, alta resistência à abrasão e baixo custo.

Quanto as superfícies, forros e paredes, estas devem se apresentar livres de irregularidades, para permitir uma manutenção, limpeza e selos perfeitos. Os pisos, com exceção das grades, devem ser cobertos de materiais de fácil limpeza e o suficientemente lisos para não permitir uma acumulação de partículas, sem comprometer a segurança das pessoas que circulam sobre ele.

As caixas que contêm os filtros e dutos devem ser facilmente acessíveis, uma vez que é importante manter um alto grau de limpeza no local a fim de aumentar a vida produtiva dos filtros absolutos.

Nas vias de acesso às salas limpas, são usadas portas do tipo auto-vedante quando fechadas, precisando estar comunicadas com ante-câmaras para prevenir a entrada direta de contaminantes, e um lugar para a troca de roupas contaminadas por outras limpas antes da entrada na sala propriamente dita. Algumas salas mais modernas possuem na ante-câmara que separa as salas classe 10.000 e classe 100, chuveiros de ar à alta pressão com o objetivo de soltar as partículas aderidas nas roupas no momento da troca (12), para eliminá-las antes da entrada na sala classe 100.

Os móveis e todo objeto ou equipamento que funcione dentro da sala deve ser construído com materiais que produzam um mínimo de óxidos, flócos em suspensão ou outros tipos de deterioração.

As cadeiras, ou qualquer outro tipo de mobiliário ou equipamento que precise de lubrificantes, devem estar totalmente selados a fim de evitar a geração de partículas ou gotas de óleo para o ambiente.

As cadeiras também devem permitir o apoio dos pés no solo como medida de precaução e ter o movimento reduzido para não gerar partículas em movimentos desnecessários por parte do operador.

Para aplicações gerais, nas superfícies de trabalho é usado aço inoxidável ou pranchas de plástico laminado para prevenir o acúmulo de partículas. Nas superfícies de trabalho não devem existir qualquer tipo de alteração, embora sejam permitidas gavetas nas partes inferiores, uma vez que o fluxo de ar já passou pela superfície e pelo produto, levando as partículas em direção as grades de extração.

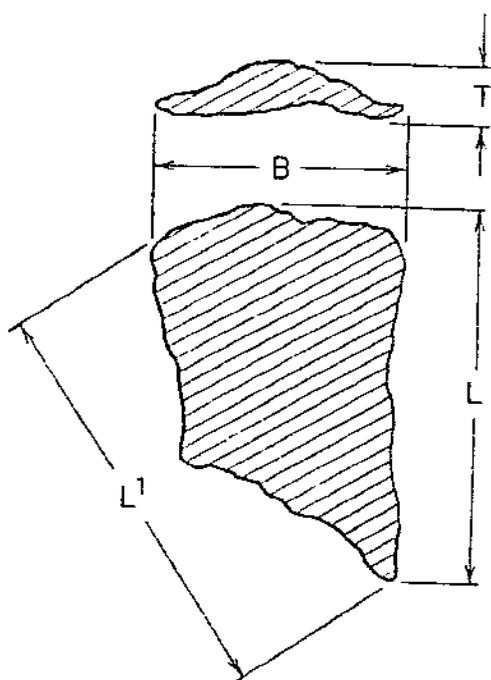
Os custos de construção das salas limpas estão relacionados com o produto final, porém em linhas gerais alguns autores (13), estimam que uma sala limpa classe 1000 tem um custo de aproximadamente U.S. \$ 700,00 por metro quadrado, sendo que nas classe 100 este valor aumentaria para U.S. \$ 4.500,00 . Assim, uma sala classe 100 típica com uma superfície de 100 m<sup>2</sup> teria um custo de construção de cerca de 4,5 milhões de dólares, nos E.U.A. (14).

CARACTERÍSTICAS E COMPORTAMENTO DAS PARTÍCULAS

3.1.- A Forma das partículas

A forma das partículas tem sido motivo de constante estudo durante os últimos 30 ou 40 anos, tendo sido desenvolvidos diversos sistemas de caracterização por vários autores . Por exemplo, J. Heywood, citado por Beddow (15), define uma partícula de acordo com a Fig. 13 .

Outros autores, Martin e Feret (16) definem a forma e o diâmetro conforme a Fig. 15 tomando como base na partícula o diâmetro da área projetada ( $D_p$ ). Nestas, o observador envolve a partícula num círculo da mesma área, porém Feret interpreta este valor como sendo a distância entre tangentes paralelas e Martin como o comprimento da corda que passa pela partícula.



- M = Raio de Planura =  $B/T$
- N = Raio de Elongaç. =  $L/B$
- L = Comprimento
- B = Largura
- T = Espessura

Fig. 13.- Forma das partículas conforme Heywood, ( Beddow, 15 )

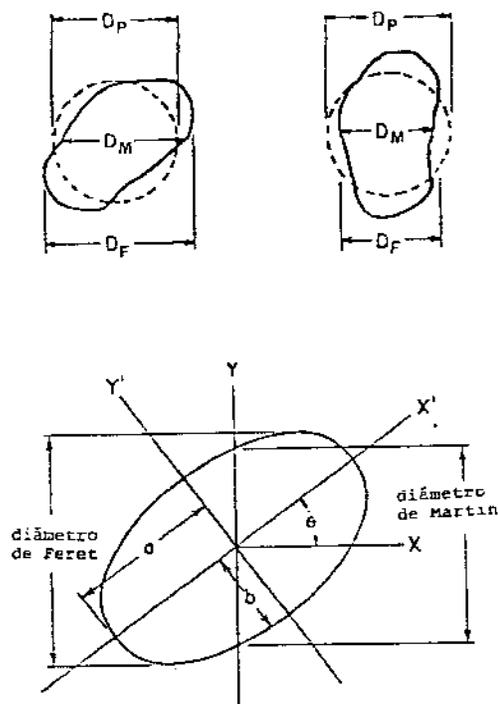


Fig. 14 - Diâmetros geométricos de uma partícula de forma irregular, (diâmetros conforme Feret e Martin), Beddow (16).

Devido ao fato de que o observador está geralmente interessado no conjunto de tamanhos das partículas, os diâmetros de interesse são diâmetros estatísticos. Por exemplo, o diâmetro estatístico de Feret corresponde à distância entre tangentes paralelas para um número de partículas:

$$D_f = \frac{P}{\pi}$$

onde P é o perímetro da partícula e  $D_f$  é o diâmetro de Feret para a partícula, tomado em todas as direções possíveis. Similarmente, o diâmetro de Martin para um grupo de partículas é a média das cordas através das centróides de um grupo de partículas. Também um outro diâmetro a ser considerado, o diâmetro de Croften, que corresponde ao comprimento médio das cordas desenhadas aleatoriamente através das linhas externas da partícula.

Do ponto de vista da relação concentração-forma das partículas mais comuns encontradas em aerossóis, as formas podem ser divididas em 5 categorias (17): esféricas, irregulares-cúbicas, flôcos, núcleos condensados e fibras. O mesmo autor estabelece ainda uma frequência das partículas nos aerossóis mais comuns.

<u>FORMAS</u>	<u>APARIENCIA</u>	<u>ORIGEM</u>	<u>FREQUENCIA</u>
A.) ESFERICAS		FUMAÇA, POLEM	10 %
B.) CUBICAS IRREGULARES		MINERIOS	40 %
C.) FLOCOS		MINERIOS, PELE	5 %
D.) FIBRAS		VEGETAIS	10 %
E.) NUCLEOS CONDENSADOS		FUMAÇA CARVÃO, FUMOS	15 %

Fig. 15 - Formas e frequências mais comuns das partículas encontradas em aerossóis, conforme Liu (17).

Também dentro do conceito de concentração-forma, Beddow (16) sugere uma outra classificação para determinar a forma das partículas, baseada numa combinação de raios de altura a base, ângulos de 30 e 60 graus e um perímetro igual para todas as formas sugeridas.

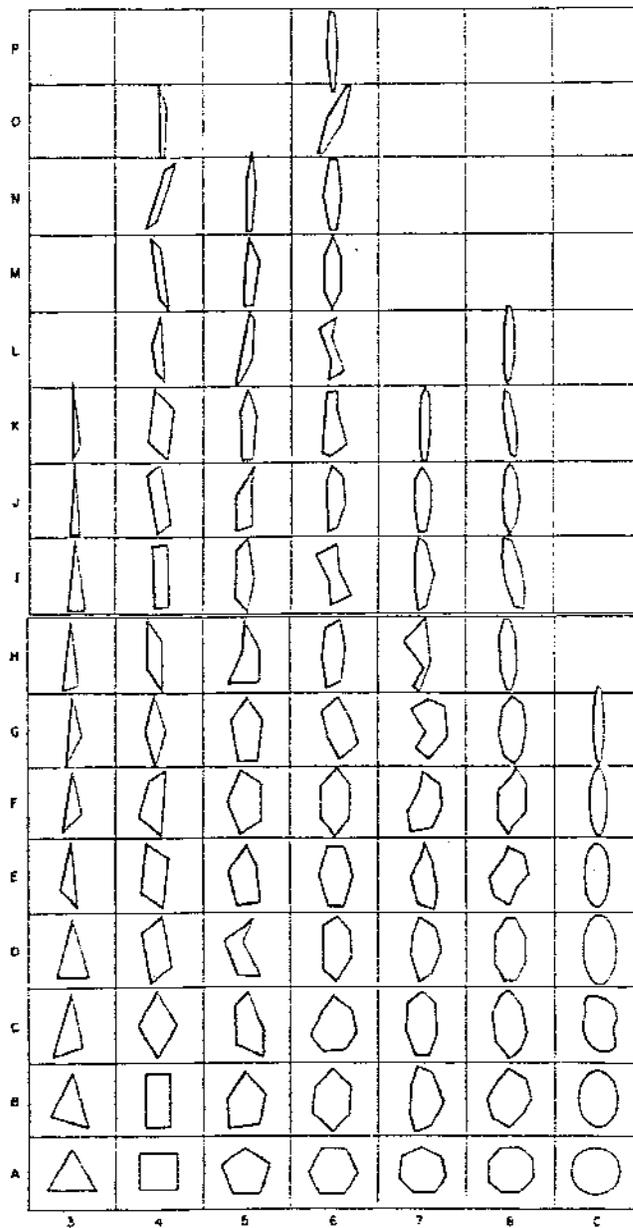


Fig. 16 - Classificação da forma das partículas conforme Beddow (16)

Uma grande parte das partículas sub-micrométricas se encontram aderidas umas as outras (18), formando agregados de partículas primárias, que consistem em dezenas ou centenas de partículas encadeadas que assumem infinitudes de formas complexas.

Também, muitas partículas são geradas a partir da fratura de partículas maiores, como as rochas. Este tipo de partículas possui tendência a ser de forma angular, com comprimentos muito maiores que sua largura.

Para a quase totalidade das partículas não é possível definir de maneira adequada sua forma física, porém a observação ao microscópio sugere dois tipos de dimensionamento: a largura e o comprimento, podendo ser estudada e classificada qualquer partícula através destes parâmetros.

### 3.2.- A deposição das partículas em superfícies

As partículas também podem ser classificadas de acordo com os mecanismos de migração que obedecem (19). Desta maneira, as partículas são classificadas em partículas Alfa, Sigma e Ômega. (classificação não relacionada com os termos de partículas nucleares.)

#### As partículas Alfa

são aquelas que permanecem por relativamente longos períodos suspensas no ar e se movem de acordo com as linhas de fluxo do ar, isto é, a sua migração depende dos fluxos de ar do ambiente.

#### As partículas Sigma

são as que apresentam um peso excessivo para se manter por muito tempo no ar, sendo desta maneira de uma permanência no ar relativamente curta, migrando principalmente para superfícies.

## As partículas Ômega

podem ser definidas como aquelas que são atraídas na direção das superfícies como resultado das condições energéticas desta ( calor, carga eletrostática, etc ).

A Fig. 17 mostra a distribuição média do tamanho de partículas de pó logo após sua geração. De acordo com estes dados, a distribuição do tamanho das partículas observadas comumente em suspensão corresponde primariamente a valores entre 0.1 a 10 micra, com picos perto de 1.0 um. As partículas menores de 0.1 um tendem a crescer em tamanho através do processo de aglomeração. As partículas maiores de 10 micra tendem a cair por efeito da força de gravidade devido a sua massa, podendo sedimentar rapidamente.

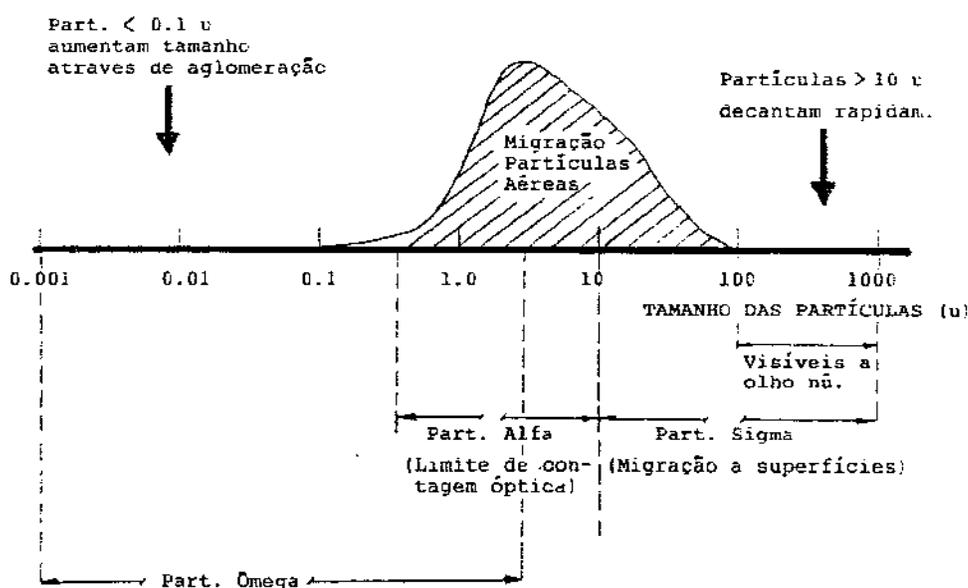


Fig. 17 - Sistema migratório das partículas suspensas no ar conforme Rapa (19).

Uma das características mais importantes das partículas no que se refere ao seu comportamento no ar, como aerosol, é o seu diâmetro aerodinâmico. Consideremos duas partículas caindo no ar, sendo uma delas uma esfera perfeita, de superfície lisa e densidade  $1.0 \text{ g/cm}^3$  e a outra não necessariamente esférica, sua superfície rugosa e sua densidade desconhecida. Porém, se as duas partículas caem com a mesma velocidade, estas partículas apresentam o mesmo diâmetro aero-dinâmico.

Em outras palavras, o diâmetro aerodinâmico de uma partícula é definido como o diâmetro físico de uma esfera densa que cai no ar com velocidade igual à da partícula em questão. Para partículas esféricas de densidade conhecida, a expressão matemática que relaciona o diâmetro aerodinâmico ( $D_a$ ) com o diâmetro físico ( $D_f$ ) de uma partícula é

$$D_a = D_p \sqrt{\frac{C_{Dp} \rho_p}{C_{Da}}} \quad D_p = D_f$$

onde  $C_{Dp}$  e  $C_{Da}$  são correções de erro conforme Cunningham (citado por Sem, 18) para partículas de diâmetro  $D_p$  e  $D_a$  respectivamente, e  $\rho_p$  é a densidade da partícula. Os termos da correção de Cunningham levam em conta erros aparentes de partículas colidindo com partículas de ar quando o diâmetro da partícula em questão é próximo do valor do livre caminho molecular. Para as condições normais,  $C_{Dp}$  e  $C_{Da}$  são próximos do valor unitário para diâmetros acima de  $1.0 \text{ um}$ . Neste caso:

$$D_a = D_p \sqrt{\rho_p}$$

Através da Fig. 18, que ilustra esta equação, podemos ver que para duas partículas esféricas de diâmetro físico 5.0  $\mu$ m e densidade de 0.1 e 1.0  $\text{g/cm}^3$ , seus diâmetros aerodinâmicos serão 1.6 e 15.8 respectivamente. Por outro lado, para duas partículas esféricas de diâmetro aerodinâmico de 5.0  $\mu$ m e densidades de 0.1 e 10.0  $\text{g/cm}^3$  terão diâmetros físicos de 16 e 1.5  $\mu$ m, respectivamente. Assim, pode ser visto claramente que o diâmetro físico de uma esfera difere drasticamente do seu diâmetro aerodinâmico. Esta diferença entre diâmetros físico e aerodinâmico se faz maior nas partículas não esféricas (18)

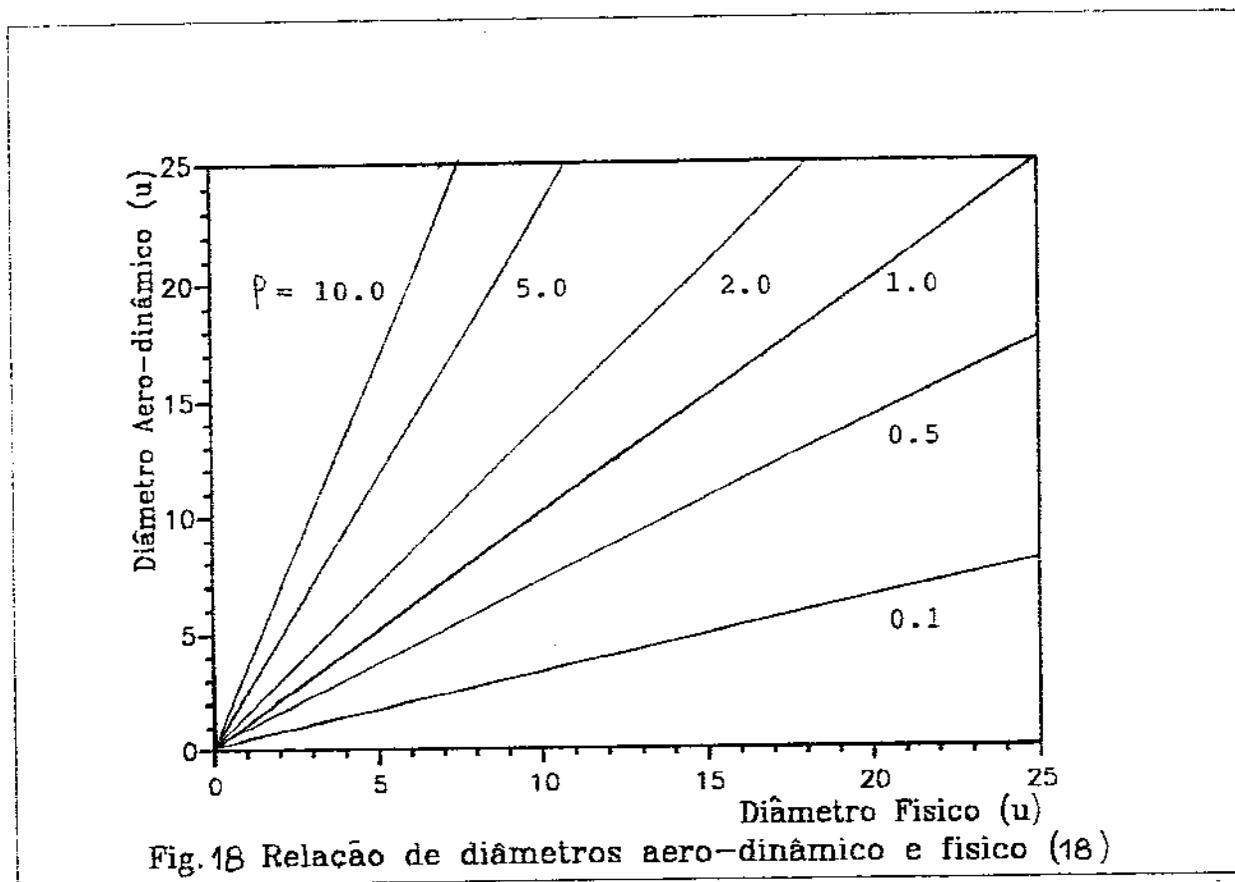


Fig. 18 Relação de diâmetros aero-dinâmico e físico (18)

A importância do diâmetro aerodinâmico para partículas que apresentam valores iguais, tem as seguintes características:

- \* Elas tendem a depositar-se no mesmo lugar do sistema respiratório humano, isto é, partículas de diferentes diâmetros físicos podem se concentrar nos mesmos locais do aparelho respiratório.
- \* Elas estão em suspensão no ambiente durante tempos similares, embora apresentem diferentes diâmetros físicos.
- \* Elas tem a mesma probabilidade de penetrar um conduto, tubo ou canal, característica importante na amostragem de aerossóis.

Do ponto de vista da migração no ar, o movimento das partículas é determinado pela Lei de Stokes, onde:

$$F_d = \frac{6 \pi \mu a v}{C}$$

Sendo  $F_d$  a força de arrastre da partícula, em dinas

$a$  é o raio da partícula, em cm

$\mu$  é a viscosidade do gás, em poise ( para ar à 20 graus centígrados, =  $183 \times 10^{-6}$  poises )

$v$  é a velocidade relativa entre a partícula e o gás, em cm/seg

$C$  é a correção de Stokes-Cunningham ( adimensional ).

( Vide Fig. 19, pag. 34 )

$$C = 1 + 1.246 Kn + 0.42 Kn \exp^{-0.87 Kn}$$

Onde  $Kn$  = numero de Knudsen =  $\lambda / a$

$\lambda$  = livre caminho médio das moléculas do gás (  $0.653 \times 10^{-5}$  cm para 1.0 atm )

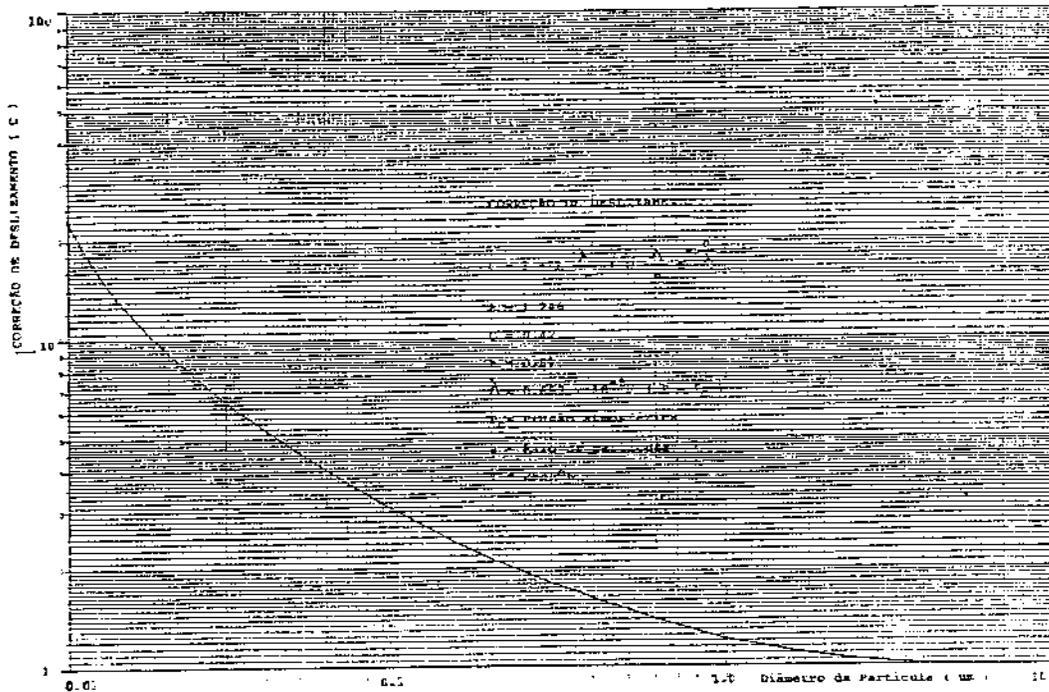


Fig. 19 - Correção de deslizamento conforme Liu (20),  
 ( baseada na correção de Stokes-Cunningham.)

A mobilidade dinâmica das partículas suspensas no ar é caracterizada pela relação entre a velocidade final da partícula e a força de arraste:

$$B = v / F_d = C / 6 \pi \mu a$$

e a mobilidade elétrica, pela relação entre velocidade final e campo elétrico :

$$Z_p = \frac{v}{E} = \frac{n_p e C}{6 \pi \mu a}$$

onde E = campo elétrico, em statvolt/cm

e = unidade elementar de carga

Para partículas simples, ( n = 1 ),  $Z_{p_1} = \frac{e C}{6 \pi \mu a}$

para partículas carregando np unidades de carga,  $Z_p = n p Z_{p_1}$

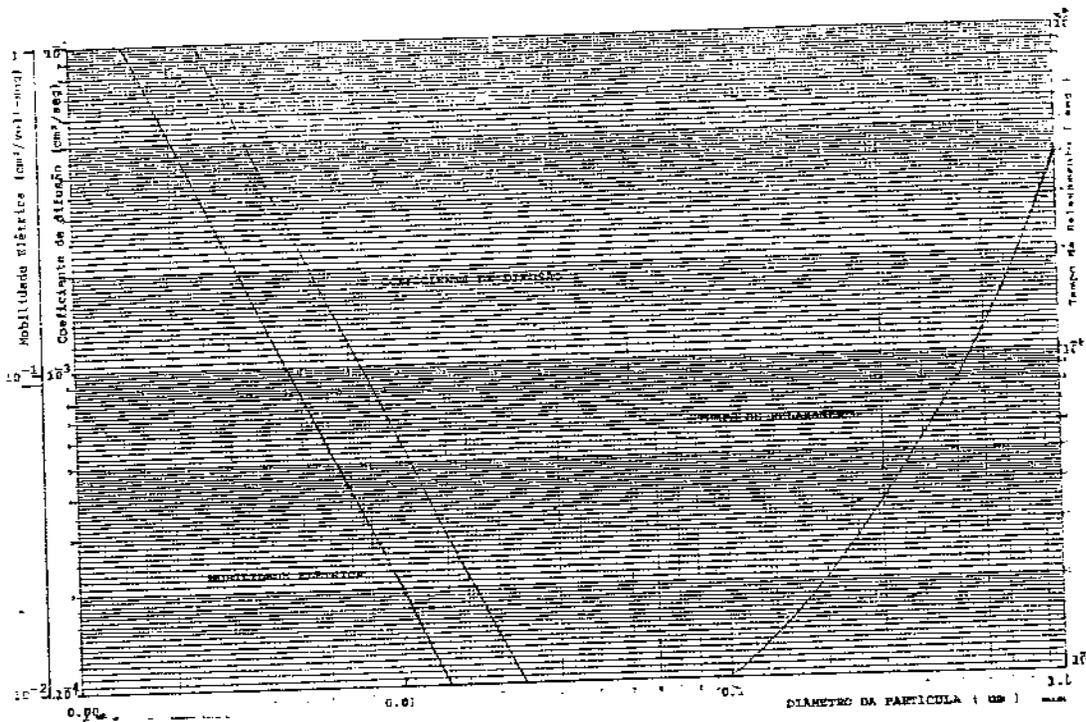


Fig. 20 - Coeficientes de mobilidade e tempos de relaxamento conforme Liu (21)

O tempo de relaxamento pode ser definido como uma constante do tempo para aceleração ou desaceleração, sendo que, para uma partícula acelerando desde uma velocidade inicial  $v_0$  até uma velocidade  $v$ , é dado por:

$$v = v_0 \exp^{-t/\tau} \quad (\text{Vide Fig. 20, pag. 35})$$

onde  $v$  é a velocidade no tempo  $t$ , e

$v_0$  é a velocidade para  $t = 0$

A constante do tempo, conforme Liu (21) pode ser obtida por

$$\tau = m B = \frac{2 a^2 \rho_p C}{9 \mu}$$

onde  $m$  = massa da partícula

$\rho$  = densidade da partícula, em  $g/cm^3$

A distancia de frenagem, isto é, a distancia que a partícula percorrerá antes de parar, está expressa pela relação entre o tempo de relaxamento e a velocidade inicial:

$$s = \tau v_0$$

E a velocidade de decantação ou deposição, está expressada pela relação

$$v = \tau g = \frac{2 a^2 \rho_p C g}{9 \mu}$$

Onde  $g$  = aceleração de gravidade.

### 3.3.- A adesão das partículas nas superfícies

O termo adesão descreve a maior ou menor força com que a partícula esta sujeita à uma superfície.

Embora todas as forças atômicas e moleculares tenham a mesma origem, convencionalmente tratam-se essas origens de forma independente. Desta maneira serão discutidas as chamadas forças de Van der Waals, as forças Iono-eletrostáticas, as forças superficiais e outros fatores diversos que também influenciam na adesão das partículas em superfícies.

#### A.- As forças de Van der Waals

Apesar de que os átomos ou moléculas possam ser considerados neutros numa avaliação geral, a flutuação de posições dos elétrons para um momento qualquer permite a formação de um dipolo que também é atraído por outros dipolos nas vizinhanças. Esta força de atração, chamada de forças de Van der Waals, esta expressa por:

$$F = \lambda r^{-7}$$

onde  $\lambda$  é a constante de atração de Van der Waals

e  $r$  é a distancia entre as duas moléculas que se atraem mutuamente.

Esta equação não é estritamente aplicável à distâncias muito pequenas nem à distâncias muito grandes, uma vez que a origem desta força é fundamentalmente eletrostática.

## B. As forças Iono-eletrostáticas

Se as partículas estão num líquido, a situação é mais complexa devido fundamentalmente a duas razões: primeiro, poderiam existir gradientes de concentrações de espécies não dissolvidas no líquido. Esta condição é importante no caso em que espécies iônicas estejam presentes, pois poderiam formar camadas de partículas causando forças repulsivas. A segunda razão é que o líquido adjacente à partícula poderia ser diferente da estrutura do líquido restante o que provocaria alterações nos resultados gerais.

Esta é a razão pela qual o diagrama força-distância de interação das partículas tem dois valores mínimos (22), que podemos observar na Fig. 21, sendo esta segunda força chamada de iono-eletrostática.

No caso em que duas partículas esféricas de igual tamanho convergiram ao mesmo ponto, a força atuando no ponto de contato tenderia a um valor de acordo com:

$$f = 2 \pi \sigma R$$

onde  $\sigma$  é a energia de superfície na interface ar-água, e

$R$  é o raio da partícula em questão

Alternativamente, quando a distância entre duas partículas é da ordem de distâncias moleculares, a força de atração  $N_m$  pode ser expressa por:

$$N_m = 2 \pi \sigma_{1,2} R$$

onde  $\sigma_{1,2}$  é a tensão superficial na interface líquido-partícula.

A repulsão iono-eletrostática esta expressa por

$$N_i = \pi R \frac{a D (K \tau z e)^2}{\delta}$$

onde  $N_i$  = força de repulsão iono-eletrostática

$\delta$  = distância intermolecular

$K$  = coeficiente

$D$  = permeabilidade elétrica

$e$  = carga do elétron

$z$  = Valência iônica

$R$  =  $R$  raio de partículas esféricas

Relembrando que convencionalmente as forças de atração são negativas e as repulsivas são positivas, a força que representa a resistência ao rompimento da ligação entre duas partículas no líquido através das intermoleculares iono-eletrostáticas esta expressado por:

$$P = N_m + N_i = (-2 \pi \sigma_{12} R + \pi R \beta / \delta) \frac{1}{\pi R^2}$$

onde também

$$P = \frac{1}{R} \{ (\beta / \delta) - 2 \sigma_{12} \}$$

sendo  $\beta = a D (K \tau z e)^2$

Deve ser notado que esta resistência ao rompimento da ligação entre as partículas é inversamente proporcional ao tamanho das partículas.

Os efeitos das forças iono-eletrostáticas tem sido relatados para dois tipos de partículas; basicamente:

- \* Minerais primários, tais como quartzo, feldspato e mica, e
- \* Minerais secundários, como a argila do tipo insolúvel em água.

Os minerais de argila apresentam propriedades que tem sido descrita como iono-eletrostáticas : no caso das argilas caolinitas, estas apresentam estruturas cristalinas compostas de camadas assimétricas de espessura de aproximadamente 15 Å. As montmorilonitas, por outro lado apresentam camadas totalmente simétricas. Nas caolinitas, as hidroxilas e oxigênios estão face a face com as camadas adjacentes, sendo que nas montmorilonitas os contornos das camadas adjacentes são ocupadas por oxigênios do mesmo sinal.

As diferenças nas estruturas cristalinas podem ser explicadas pelas diferentes reações destes dois minerais na presença de água as partículas de caolinita se enchem de água até um certo ponto quando umedecidas, sendo que as partículas de montmorilonita aumentam de volume até que elas possam se decompor nas suas camadas elementares.

No caso das forças iono-eletrostáticas atuando em superfícies planas, pode ser observado o seguinte:

- \* Se as cargas e os potenciais são iguais, forças de repulsão são observadas a qualquer distância.
- \* Se os potenciais são diferentes, porém de igual sinal, a repulsão cresce primeiramente alcançando um ponto máximo para logo decrescer até que uma mútua atração seja experimentada, isto é, até que apareça a repulsão de Born (23).
- \* Se os potenciais são de diferentes sinais, as superfícies tendem a atrair-se infinitamente, até aparecer a repulsão de Born.

Na Fig. 21 pode ser observado a curva 1, representando um conjunto de partículas num estado agregado, o qual seria alterado introduzindo um novo meio iônico, diferente do inicial. A curva 2 representa a caolinita, mostra que quando as partículas se aproximam mutuamente, a força de repulsão mútua aumenta até um valor máximo ao qual se segue uma atração também crescente, eventualmente antes de aparecer a repulsão de Born. As curvas 3 e 4 podem ser consideradas representativas da montmorilonita e nestes casos as interações entre as partículas são usualmente repulsivas, exceto na curva 4, que representa o caso onde as forças iono-eletrostáticas e inter-moleculares são repulsivas.

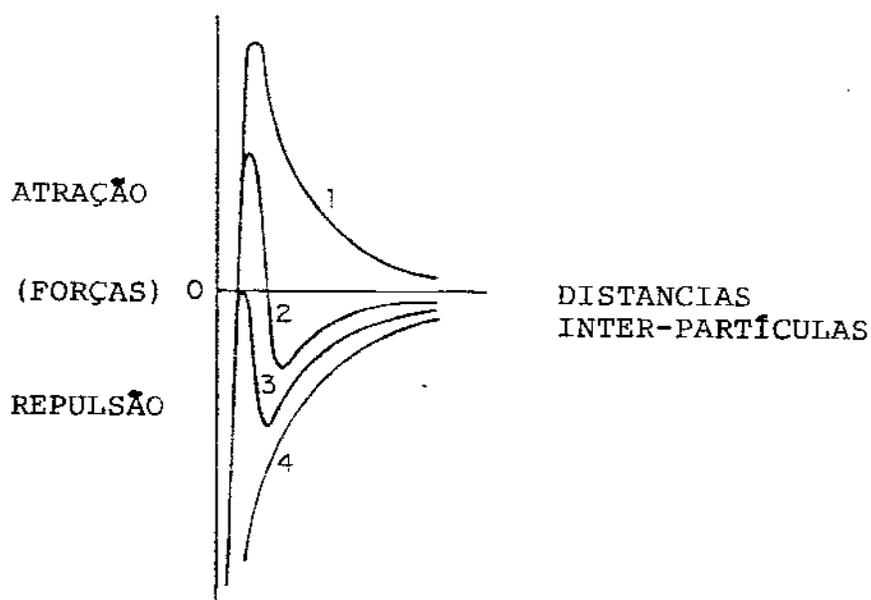


Fig. 21 - Diagrama força-distância entre duas partículas, (23).

## As forças eletrostáticas

O cálculo das magnitudes das forças eletrostáticas que atuam sobre as partículas parece mostrar que estas são muito pequenas. Por exemplo, se duas partículas de 1.0 micra de diâmetro estão separadas por 10 Å, o nível aproximado das forças eletrostáticas, gravitacional e de Van der Waals seria expresso na seguinte tabela, de acordo com Yost e Steiman (24).

Força de Van der Waals	=	0.4	dinas
Força eletrostática	=	$5.2 \times 10^{-3}$	dinas
Força gravitacional	=	$5.2 \times 10^{-19}$	dinas

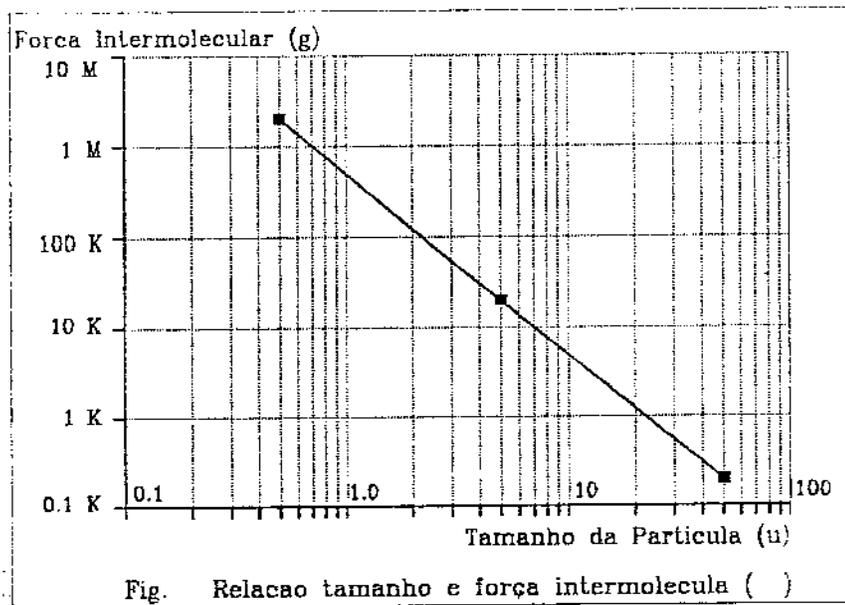
considerando-se a carga de 15 e.s.u., uma densidade 1.0 g/cc, e a constante de Hamaker de  $5 \times 10^{-10}$  ergs (25).

Desta maneira, poderia se concluir que a influência das forças eletrostáticas de adesão das partículas nas superfícies seria desprezível comparadas com as magnitudes das forças de Van der Waals. Por outra parte, as superfícies podem ser carregadas com altíssimos potenciais como no caso da fabricação de "wafers" para circuitos micro-eletrônicos, na ordem de até 20 mil volts, e onde, conforme Yost e Steiman (24), as forças são suficientemente significantes para que partículas de tamanho menor que 1.0 micra adiram fortemente a estas superfícies.

## Outros fatores de influência

Dentro dos outros fatores que influenciariam a coesão das partículas nas superfícies, a forma tem especial importância, uma vez que a área de contacto e a plasticidade da superfície influirão diretamente nesta adesão (26)

Também o tamanho da partícula estaria intimamente ligada as forças que a manteriam aderida à superfície, uma vez que, de acordo com Brandreth e Johnson (27), partículas com tamanho inferior a 1.0 micron não seriam influenciadas grandemente pela força de gravidade, porém as forças intermoleculares apresentariam uma enorme influência, como pode se observado na figura 22 :



M = Milhão  
K = Miles

Conforme experiências realizadas por Ikasaki e Kamamura (28), se é aplicado um campo elétrico à uma partícula ou pó, a força de adesão desta partícula ou pó aumentará proporcionalmente com o aumento do campo elétrico.

De acordo com os mesmos autores, estas forças de adesão elétricas aumentam proporcionalmente com o aumento da umidade ambiente, fato que tinha sido comprovado experimentalmente por outro autor, ( Whitfield, 29 ).

Por outro lado, a umidade ambiente pode ser um fator de aumento da capilaridade da partícula, isto é, pode condensar água ou outro vapor durante o processo e este líquido condensado irá ligar fortemente à partícula com a superfície por capilaridade (30).

## C A P I T U L O    I V

---

### PARTE EXPERIMENTAL

Dentro do contexto de um processo limpo qualquer, poderiam ser identificados diferentes tipos de potenciais fontes de partículas contaminantes. Tomando como base as principais atividades do processo de montagem de sistemas de leitura/escrita em discos de computadores, estas fontes dependerão de 5 fatores principais:

- \* A sala onde o processo se desenvolve.
- \* Os instrumentos: testadores e outros equipamentos elétricos e eletrônicos.
- \* Os materiais de consumo do processo. Nestes estão incluídos todos os materiais utilizados para levar a cabo o processo, tais como produtos químicos, luvas, panos limpadores, cotonetes de limpeza, etc.
- \* As peças mecânicas ou elétricas-eletrônicas, as que montadas formarão o produto final.
- \* Os operadores, isto é, o fator humano como fonte geradora de partículas contaminantes.

O estudo de cada um destes fatores que influenciarão diretamente a limpeza do processo e portanto o produto final e sua qualidade, deve ser feito separadamente. No entanto, qualquer que seja o produto final do processo limpo (produtos micro-eletrônicos, mecânicos ou ainda farmacêuticos ou químicos de elevada pureza) o seu estudo estará baseado em variáveis similares.

A Sala Limpa, contém uma diversificada gama de fontes potenciais de geração de partículas: forros, ductos de ar condicionado, pintura utilizada, distribuição das bancadas de trabalho, fluxo de do ar, etc.

Os instrumentos, testadores e qualquer outro tipo de maquinaria mecânica com partes que se movimentam estarão gerando partículas como consequência de atritos e desgastes.

Desta maneira, parafusadeiras elétricas à ar comprimido geram partículas decorrentes do atrito interno do motor elétrico ou da turbina movimentada a ar, esteiras mecânicas produzirão partículas através do atrito dos seus rolos metálicos ou plásticos e das superfícies e correias em movimento, assim como os ventiladores internos que refrigeram os motores e partes eletrônicas dos testadores.

Assim também todo volume introduzido na sala, incluindo nestes as bancadas de trabalho, esteiras e testadores produzirão uma alteração do fluxo normal de ar, laminar, para o qual foi inicialmente projetada a sala, alterando desta maneira o livre caminho de saída das partículas através das grades inferiores da sala e provocar turbulências, podendo levar estas partículas para locais críticos onde a ausência de partículas se faz mandatório.

As peças mecânicas que fazem parte dos conjuntos finais também apresentam grande quantidade de partículas micrométricas e sub-micrométricas após sua fabricação por processo de injeção, usinagem, fundido e tratamentos térmicos e superficiais que precisam para obter as condições finais de resistência mecânica, dimensionais e de acabamento.

Os materiais de consumo do processo, produtos químicos necessários tanto para o processamento quanto para a limpeza das peças e mesmo da sala precisam ter um elevado grau de pureza de seus compostos, não apresentando elementos estranhos que iriam contribuir a contaminar as peças ou conjuntos. Ademais dos produtos químicos a serem utilizados, álcool isopropílico, triclorotrifluoretano e sabões utilizados na limpeza final de peças, a água deionizada tem especial importância pois ela é usada abundantemente durante todo o processo.

Por outra parte, todo artigo de consumo como luvas protetoras, máscaras faciais, panos limpadores, cotonetes de limpeza não devem contribuir tanto com a geração de partículas por atritos quanto em não se degradar com a utilização dos solventes de uso normal durante o processo.

Os operadores de montagem e teste são potenciais geradores de partículas, através do corpo ou das vestimentas que utilizam, devendo estas apresentar características determinadas que assegurem a não geração de fibras de tecido.

Desta maneira, tomando como base estas cinco classes de fontes de contaminação que estariam presentes em qualquer tipo de processo limpo, não sendo restrito pelo produto final, foram feitas uma série de experiências de laboratório com o intuito de determinar técnicas de coleta e análise de amostras que levem à identificação das suas principais fontes geradoras de contaminantes.

Os resultados, ao serem processados permitirão visualizar o perfil de limpeza do processo em questão. Por outro lado, será obtida uma base qualitativa que permita aprimorar os processos de fabricação dos artigos de consumo usados nos processos limpos, podendo substituir estes por nacionais que atendam as mesmas características dos estudados.

Assim, foram idealizadas uma série de experimentos destinados a conhecer as características destas principais fontes potenciais de contaminantes já citadas:

- Sala Limpa : Quantificação e caracterização das partículas decantadas em superfícies, através do uso de superfícies de pastilhas de silício, utilizando para medidas microscópio eletrônico/espectrômetro de Raios X e analisador de imagens.
- Operadores : Quantificação de partículas geradas por vestimentas, utilizando microscopia óptica, contadores de partículas por raios laser e cromatografia iônica.
- Operadores : Determinação da proteção das máscaras faciais quanto à retenção de partículas da respiração, mediante contadores de partículas por raios laser.
- Artigos consumo : Análise experimental das luvas utilizadas pelos operadores através de microscopia óptica, microscopia eletrônica, cromatografia iônica, contadores de partículas em líquidos por utilizando raios laser e espectrografos de Raios X.

- Artigos Consumo : Análise experimental de panos limpadores utilizados no processo ( tecido de pano, espuma e papel, através de contadores de partículas por raios laser, cromatografia iônica, análise de microscopia óptica e eletrônica.
- Artigos Consumo : Análise experimental das principais características de cotonetes de limpeza através de microscopia óptica e eletrônica, espectrografia por Raios X e cromatografia iônica.
- Equipamento : Quantificação das partículas geradas por parafusadeiras elétricas usadas no processo, utilizando bancada de fluxo laminar horizontal e contadores de partículas aéreas por raios laser.

Toda a instrumentação utilizada nos ensaios corresponde a aparelhos que podem ser normalmente encontrados em laboratórios de análise normais, com a única exceção de um sistema de microscópio eletrônico de varredura acoplado a um analisador de imagens e a um analisador de elementos por raios X, fabricado especialmente para a determinação quantitativa e qualitativa de partículas tomando como base instrumentos de fornecimento normal dos fabricantes Hitachi, Lemont e Kevex.

Os contadores através de dispersão de luz, com fontes de quartzo ou raios laser, podem ser encontrados no mercado americano, japonês ou alemão e são usados normalmente nos laboratórios da indústria farmacêutica, eletrônica ou de bebidas.

A descrição de todos os instrumentos, em detalhe, são dadas no apêndice deste trabalho.

#### 4.1.- CARACTERIZAÇÃO DA CONTAMINAÇÃO NA SALA LIMPA

---

A quantidade máxima de partículas que podem estar presentes nos ambientes controlados esta regulamentado pelas especificações do Federal Standard 209-B, dos E.U.A., sendo esta especificação utilizada internacionalmente. Esta especificação, como foi visto, determina a quantidade máxima de partículas nos ambientes limpos, estabelecendo classificações de acordo com estas quantidades.

Por outra parte, a Sociedade Americana de Testes e Materiais, ASTM, desde 1968 recomenda a utilização de métodos ópticos para a contagem de partículas nos ambientes controlados. A especificação ASTM F-25, utiliza métodos ópticos de contagem em filtros de membranas pelos quais passou determinado volume de ar das salas limpas.

Estes métodos ópticos, utilizando microscópios com oculares graduadas para a classificação de partículas, não permitindo uma contagem de partículas menores de 5.0 micra, podendo também apresentar resultados subjetivos, dependentes da pratica e experiência da pessoa que efetua a contagem sob o microscópio.

Outra especificação da Sociedade Americana de Testes e Materiais, a ASTM F-24, de 1965, especifica um método similar para a determinação da contaminação em superfícies limpas, através da contagem óptica de partículas aderidas em fitas adesivas de dupla face, pressionadas nas superfícies.

Nada existe, no entanto, referente a uma avaliação das superfícies de trabalho com respeito da contaminação. Ou melhor, uma avaliação da superfície de trabalho com respeito à contaminação aérea, isto é, quanta contaminação é aceitável estar presente numa superfície de trabalho sem comprometer o produto.

De acordo com esta situação, poderíamos nos fazer as seguintes perguntas:

- \* Quantas partículas de um determinado tamanho são depositadas por uma certa unidade de área em relação ao tempo? Isto é, a especificação da sala e conseqüentemente do número de partículas permitidas em forma de suspensão, não permite ter uma noção das partículas que estão sendo depositadas nas superfícies.
- \* Esta deposição de partículas pode ser relacionada com a classe de limpeza da sala?
- \* Como poderia ser quantificada a contaminação superficial do produto?
- \* Qual a relação quantidade de partículas aéreas e depositadas?
- \* Qual a mecânica que afeta esta deposição?
- \* Esta contaminação superficial, embora proveniente da sala limpa especificada pelo F.S. 209-B, como afetará o produto? Isto é, as classes especificadas para classificação da contaminação aérea das salas de processo são suficientes, no que se refere à contaminação que estaria sendo aceita no produto?

Para responder à estas perguntas, foram planejados dois tipos de experimentos:

- \* Coleta e quantificação de partículas aéreas em pastilhas de sílicio.
- \* Caracterização elementar das partículas depositadas

## Exp. 1.- A COLETA DE PARTÍCULAS DEPOSITADAS.

---

### Método:

Para quantificar o número de partículas que são depositadas nas superfícies das áreas de trabalho da Sala Classe 100 em relação à contaminação existente no ar, foram utilizadas 36 pastilhas silício, de 76 mm de diâmetro. Este tipo de pastilhas é normalmente utilizada na fabricação de circuitos integrados eletrônicos e as utilizadas estavam em estado final de processamento antes de começar a litografia, isto é, em estado final de limpeza, com zero partículas maiores de 0.2 micron na sua superfície.

Foi utilizada uma sala limpa classe 100, com área de 500 metros quadrados e altura de 3 metros. O fluxo de ar era vertical de saída inferior com velocidade de 0.48 m/seg e as medições foram efetuadas com 19 operadores em atividade normal. As condições de limpeza da sala eram monitoradas automaticamente através de sensores remotos dispostos em diferentes locais da sala, estando no momento da coleta de amostras dentro das especificações exigidas pelo Federal Standard 209-B, isto é, com menos de 3.050 partículas de 0.5 micron por metro cúbico de ar.

A contaminação nas pastilhas de silício virgens foi medida antes do experimento no analisador de imagens Surfscan 3000, para quantificação do número de partículas presentes nelas e assim poder deduzir estes valores dos resultados finais.

O Surfscan modelo 3000 é uma unidade de inspeção utilizada normalmente nos processos de fabricação de pastilhas de silício, que verifica o nível de contaminação da sua superfície e a quantidade de partículas presentes após o processo de limpeza. Este analisador de imagens varre a superfície das pastilhas com um raio laser, classificando e quantificando estas por tamanho, cujo resultado é exibido num monitor. Maiores detalhes podem ser obtidos no apêndice deste trabalho.

Após esta medição, as pastilhas de silício foram colocadas em diferentes pontos da sala durante uma hora, nas posições indicadas na Fig.23 . Em seguida foram quantificadas e classificadas no analisador de imagens acima mencionado, obtendo-se os seguintes resultados:

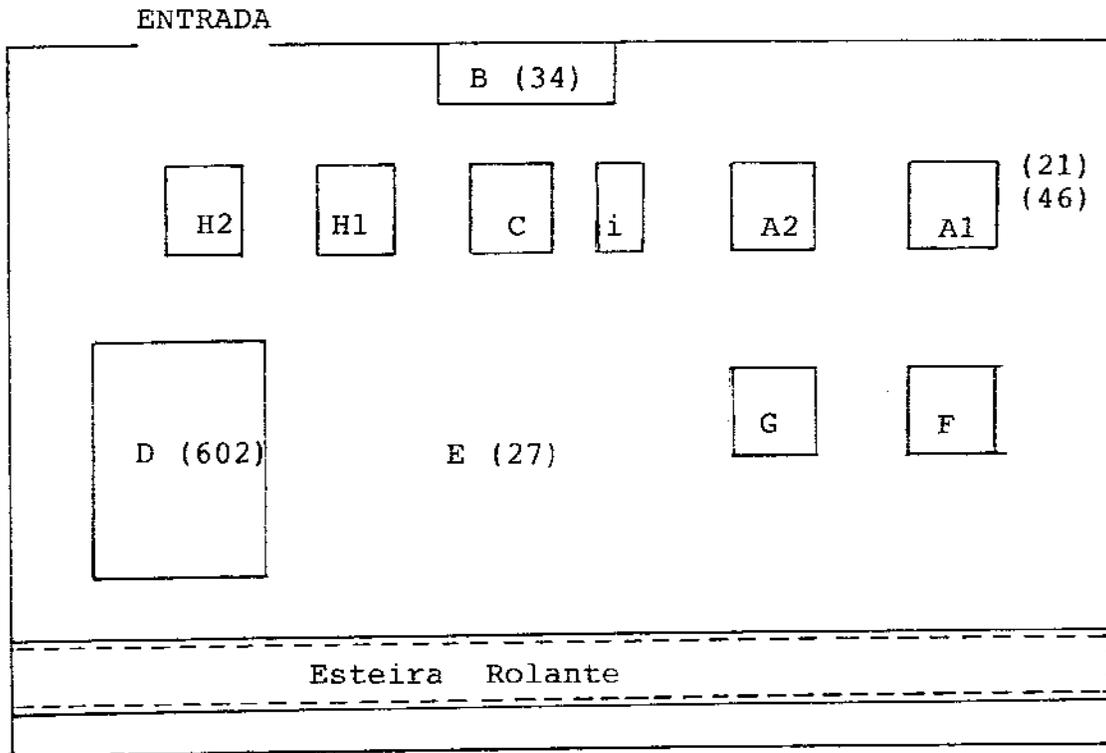


Fig. 23 Posição das pastilhas de silício dentro da Sala Limpa durante a coleta de partículas, indicando entre parênteses os resultados da medida de decantação )



Fig. 24 - O analisador de imagens Surfscan 3000

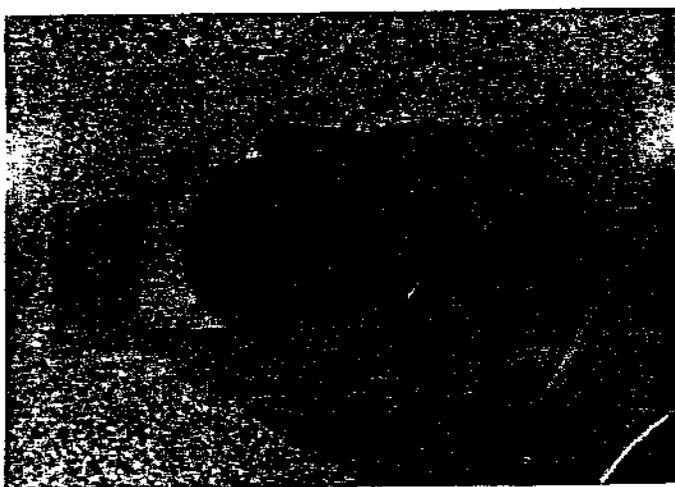


Fig. 25 - Pastilha de silício utilizada para a coleta de partículas

## RESULTADOS

### Deposição de partículas na Sala Limpa

( Primeiro grupo de pastilhas de silício )

<u>Pastilha</u>	<u>Decantação</u>	<u>Local</u>	<u>Posição</u>
	part./cm <sup>2</sup> /hr		
1	34.3	B (prateleira)	nível super. esquerda
2	0.3	B "	nível meio direita
3	0.3	B "	nível super. direita
4	0.2	B "	nível meio esquerda
5	0.3	B "	nível super. central
6	0.2	B "	nível meio central
7	27.8	E (circulação)	esquerda
8	0.1	E "	direita
9	4.8	G "	direita
10	0.4	G "	centro
11	0.4	G "	esquerda
12	0.9	F	direita
13	0.1	F	esquerda
14	0.1	F	centro
15	0.4	D	esquerda
16	602.6	D	direita
17	0.2	Esteira	esquerda
18	0.2	Esteira	direita

Obs: \* Medições do primeiro grupo de pastilhas de silício

\* O tamanho das partículas consideradas é maiores de 0.5 micron

\* Tempo de decantação : 01 hora, com atividade normal da sala.

\* Velocidade do ar : 90 pés por minuto ( 0.48 m por seg ).

\* área analisada : 31.7 cm<sup>2</sup>, a partir do centro da pastilha de silício.

Deposição de partículas na Sala Limpa

( Segundo grupo de pastilhas de silício )

Pastilha	Decantação	Local	Posição
-----	-----	-----	-----
	part./cm <sup>2</sup> /hr		
1	21.3	A 1	direita
2	--	A 1	(valores nulos)
3	46.5	A 1	esquerda
4	2.6	A 2	esquerda
5	1.5	A 2	direita
6	0.1	A 2	centro
7	2.0	C	direita
8	0.3	C	esquerda
9	0.1	C	centro
10	0.3	esteira	esquerda
11	0.5	esteira	direita
12	0.5	C	esquerda
13	0.2	C	direita
14	0.2	i (prateleira)	superf. direita
15	0.2	i "	superf. esquerda
16	0.1	i "	meio, direita
17	5.2	i "	meio, esquerda
18	1.6	H 2	direita
19	0.7	H 2	esquerda

Obs: \* Medições do segundo grupo de pastilhas de silício

- \* O tamanho das partículas consideradas é maiores de 0.5 micron
- \* Tempo de decantação : 01 hora, com atividade normal da sala.
- \* Velocidade do ar : 90 pés por minuto ( 0.48 m por seg ).
- \* área analisada : 31.7 cm<sup>2</sup>, a partir do centro da pastilha de silício.

## Exp. 2. - ANÁLISE QUALITATIVA DAS PARTÍCULAS DECANTADAS

**Método:** As partículas foram removidas das superfícies expostas das pastilhas de silício utilizadas na experiência anterior utilizando metanol a baixa pressão, previamente filtrado através de filtros de poliéster com porosidade 0.1 micron.

Uma vez transferidas as partículas ao meio líquido de metanol, este foi filtrado em filtros das mesmas características que os anteriormente citados. Em seguida, os filtros foram colocados sobre porta amostras de grafite de 25 mm de diâmetro para posterior recobrimento com carbono. A seguir, foram analisados num sistema de microscópio eletrônico Hitachi S-520, analisador de imagens Lemont DA-10 e espectógrafo de raios X Kevex 8000 EDS.

O sistema descrito é totalmente automático sendo capaz de analisar seqüencialmente seis diferentes amostras. Numa operação típica, é determinado o local através do microscópio eletrônico, após o qual é programado o analisador de imagens e o espectógrafo para efetuar a varredura e análise elementar das partículas de forma automática. Mais detalhes podem ser obtidos no apêndice deste trabalho.

A análise qualitativa foi desenvolvida por dois métodos, utilizando o sistema manual e automático de análise do sistema Hitachi-Lemont-Kevex. Para a análise manual, as varreduras e análise de caracterização de elementos foi feita partícula por partícula, e na operação automática, foram delimitadas 150 áreas com um aumento de 500 para cada amostra, isto é, foram analisadas as partículas dentro das 150 áreas programadas.

Todos os resultados estão expressos como porcentagens da partícula encontrada relativa ao total de partículas observadas durante a análise.

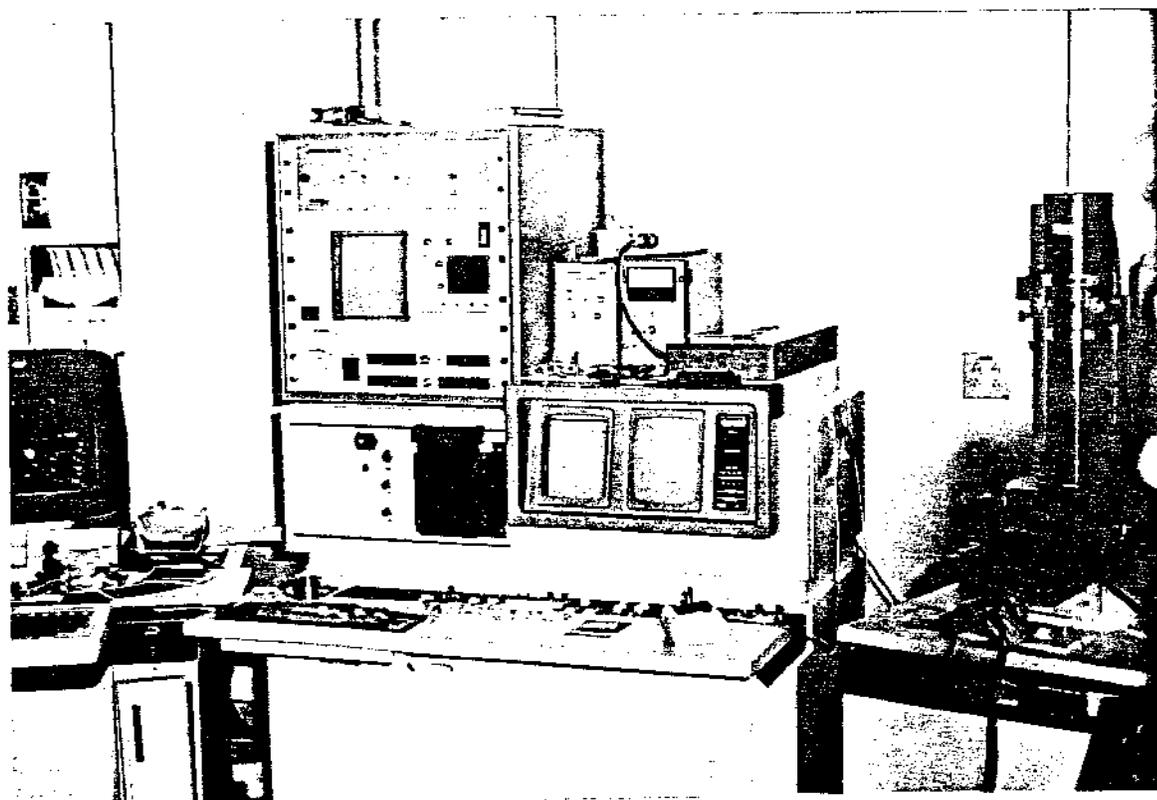


Fig. 26 - O sistema híbrido Hitachi-Lemont-Kevex utilizado para quantificação e análise elemental das partículas.

Elemento/local	Pr.*	A	B	C	D	E	F
( Valores correspondientes aos elementos encontrados no total de partículas examinadas em cada local, em % do total )							
Organ./nao espect.	9.8	51.9	23.5	50.0	2.5	6.9	8.9
AlSi	-	4.3	5.1	-	-	7.0	-
Si	1.7	-	3.2	7.1	8.2	-	2.6
Sn	1.7	-	-	-	-	-	-
Fe	5.0	6.0	-	-	39.7	1.7	2.6
S	1.7	24.0	-	-	6.8	-	4.0
SiTi	3.4	-	-	-	1.3	-	2.6
SiCaTi	1.7	-	-	-	1.3	-	-
MgSi	5.0	-	1.6	-	-	-	-
Ca	1.7	-	29.0	35.7	10.9	-	-
Ni	-	-	-	-	1.3	-	-
AlSiFe	-	-	1.6	-	2.7	-	2.6
NaZn	-	-	-	-	2.7	-	-
SPb	-	-	-	-	9.5	-	2.5
Cu	-	-	-	-	-	5.2	1.3
FeNi	-	-	-	-	-	1.7	-
CrFeNi	-	-	-	-	-	-	4.0
MgSiFe	-	-	1.6	-	-	-	1.3
SiSCa	-	3.4	-	-	-	-	-
CaFe	-	1.7	-	-	-	-	-
TiV	-	3.4	-	-	-	-	-
SiCl	-	1.7	-	-	-	-	-
SiS	-	1.7	-	-	-	-	-
SCaZn	-	1.7	-	-	-	-	-
AlSiS	-	-	6.0	-	-	-	-
AlSTi	-	-	-	-	-	1.7	-
AlSCaTi	-	-	-	-	-	1.7	-
AlSCa	-	-	-	-	-	3.5	-
AlCa	-	-	-	-	-	1.7	-
Al	-	-	-	-	-	-	1.3
PFe	-	-	-	-	-	-	1.3
NaSCL	-	-	1.6	-	-	-	-
MgSCa	-	-	1.6	-	-	-	-
MgAlSi	-	-	3.2	-	-	-	-
MgAlSiFe	-	-	3.2	-	-	-	-
AlSiK	-	-	1.6	-	-	-	-
SiFe	-	-	-	-	2.7	-	-
Totais (%)	31.7	99.8	80.8	92.	86.9	31.1	36.3
Partíc. examinadas	59	17	62	14	73	57	75

\* Pr. = Prateleira lateral

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

Os resultados obtidos na coleta de partículas em pastilhas de silício permitem a identificação dos diferentes locais onde são decantadas. Assim, podemos observar que a maior concentração de partículas se localiza no local identificado como D, com 602 partículas maiores que 0.5 micron por centímetro quadrado.

Outros dois locais de alta incidência, A-1 com 46 e 21 partículas e a prateleira junto a porta com 34 partículas por cm<sup>2</sup> em cada hora mostram o quadro de maior contaminação observada. O resto do locais mostram valores de decantação da ordem de 1.0 partícula por cm quadrado ou menos, a exceção do local G que apresenta 4,8.

Ao analisar os elementos presentes nas partículas depositadas nestes locais de maior concentração de decantação, podemos notar que nos casos das estações de montagem A e C, praticamente a metade das partículas examinadas no espectôgrafo de raios-X não gerou espectro, induzindo isto a concluir que estes valores encontrados ( 51.9 e 50.0 % das partículas) correspondem a partículas de origem orgânico, tendo seu origem provavelmente nos operadores , isto é, a contaminação proveria dos corpos.

A prateleira B apresenta uma alta concentração de partículas também orgânicas ( 23.5 % ), porém a maior concentração de elementos corresponde a Ca ( 29.0 % ). Estas partículas podem ser interpretadas como consequência do movimento dos operadores na área.

Também foi achado Ca em grande proporção (35.7 %) na estação de montagem C.

A estação de montagem D apresenta uma alta proporção de Fe, ( 39.7 % das partículas ). Esta decantação de partículas de Fe pode ser relacionada com o processo, uma vês que nesta estação o operador utiliza ferramentas metálicas ao apertar porcas e parafusos, podendo ser facilmente geradas estas pelo atrito entre peça e ferramenta.

Foi encontrado enxofre na proporção de 24 % na estação A, podendo estar relacionado ao ácido sulfúrico utilizado durante o tratamento superficial das peças que são montadas neste local. A decantação de partículas de compostos de enxofre nas pastilhas de silício leva a concluir que os métodos de remoção de de contaminantes e limpeza das peças antes de serem montadas no produto, não estariam sendo o suficientemente efetivos.

## CONCLUSÕES

Não existe, atualmente, nenhuma especificação ou norma internacional que estabeleça limites de contaminação nas superfícies de trabalho de uma sala limpa. Desta maneira, não é possível comparar os resultados com valores previamente estabelecidos.

Por outra parte, os valores determinados pelo Federal Standard 209-B limita a quantidade de partículas existentes no ar de uma sala limpa pelo volume contido nela. Assim, uma sala limpa qualquer poderia conter, por metro cúbico de ar:

Federal Standard 209-B					
		TAMANHO:	0.5 um	1.0 um	5.0 um
AMBIENTE:					
Classe	100		3.050	600	30
Classe	1.000		30.500	6.000	300
Classe	10.000		305.000	36.600	3.000

Tabela 2 : Numero máximo de partículas permitidas com relação ao seu tamanho para diferentes tipos de ambientes, por m<sup>3</sup>.

Estes parâmetros de conteúdo de partículas por volume, quando transportados ao volume da nossa sala, isto é 1489.8 metros cúbicos, seriam permitidas 4,54 milhões de partículas de 0.5 microns, 893 mil de 1.0 micron e 44,7 mil de 5.0 micra para um instante determinado.

Estes valores especificados ser comparados com os valores teóricos de deposição de partículas nas superfícies através da velocidade de sedimentação e da concentração de partículas no ar. Assim, poderíamos calcular a deposição teórica através das seguintes formulas:

$$V_s = \frac{\rho_p g C D_p^2}{18 u} \quad (\text{velocidade de sedimentação})$$

onde:  $\rho_p$  = densidade da partícula  $^{-4}$   
 $u$  = viscosidade do ar (  $1.8 \times 10^{-4}$  poises )  
 $D_p$  = diâmetro da partícula  
 $g$  = aceleração de gravidade

e o coeficiente de transferência de massa K

$$K = \frac{j}{N} \quad \text{onde} \quad \begin{array}{l} j = \text{fluxo de partículas} \\ N = \text{concentração de partículas} \end{array}$$

Por outra parte, este coeficiente de transferência de massa pode ser relacionado com o numero médio de Sherwood (27), onde

$$Sh = 1.08 Sc^{1/3} Re^{1/2} \quad \text{onde} \quad Sh = \text{numero médio de Sherwood}$$

$$Sc = \frac{\nu}{D}$$

Re = numero de Reynolds

$\nu$  = viscosidade do ar

D = coef. de difusão da partícula

e também

$$Sh = K Dw D \quad \text{onde } Dw = \text{diâmetro da área de deposição}$$

Deste modo, relacionado Re a

$$Re = U Dw / \nu \quad \text{onde } U = \text{velocidade do ar sobre a superfície}$$

Finalmente se obtém a relação para De

$$De = (K + Vs) t \quad \text{onde } (K + Vs) = \text{a velocidade de deposição}$$

$t = \text{tempo}$   
 $De = \text{deposição}$

e podemos obter os seguintes valores:

<u>Tamanho Partícula</u>	<u>Vs (cm/seg)</u>	<u>N (p/seg)</u>	<u>Deposição (*)</u>
0.5 micron	0.00093	0.0035	0.011
0.7	0.00181	0.0017	0.011
1.0	0.00367	0.0007	0.009
2.0	0.01400	0.0001	0.005

Tabela 3 - Valores teóricos de deposição de partículas

(\*) Valores de deposição em partículas / cm<sup>2</sup>-hora )

Estes valores calculados teoricamente de acordo com as fórmulas acima correspondem aos valores máximos de decantação que apresentariam partículas numa sala limpa classe 100, pois foram tomados valores de concentração de partículas máximos permitidos pelo Federal Standard 209-B. Deste modo, numa sala limpa de acordo com esta especificação, o limite máximo de partículas de 0.5 micron que pode se depositar num centímetro quadrado por hora é 0.011, ou 110 partículas por metro quadrado por hora e podem ser graficados conforme a seguinte curva:

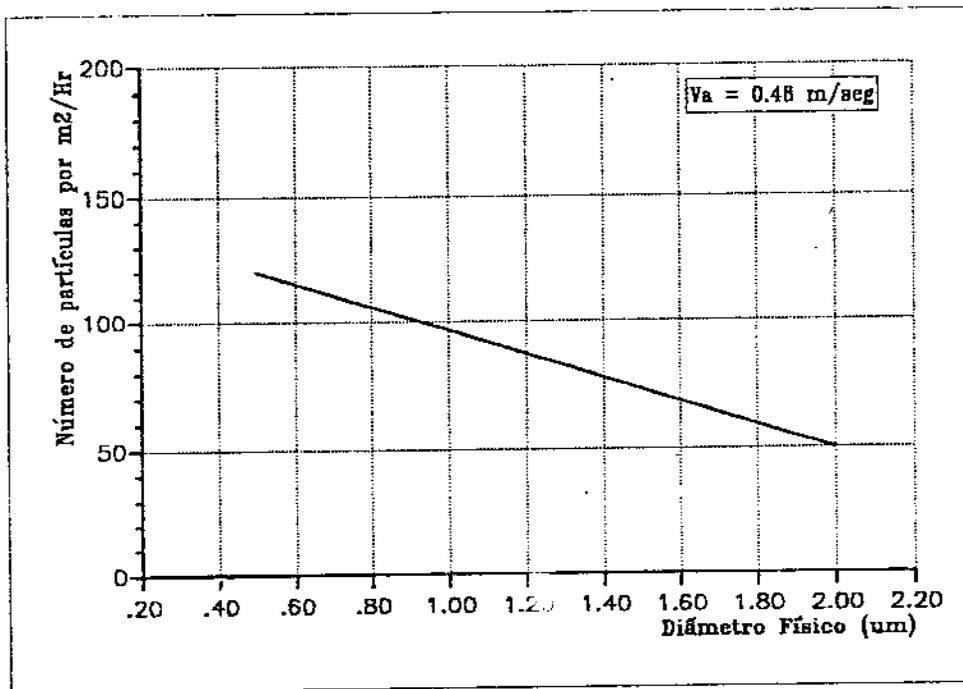


Fig. 27.- Deposição teórica de partículas num ambiente de Classe 100, conforme seus diâmetros físicos.

Alguns autores (28,29) fazem notar que os mecanismos de decantação de partículas depende do tamanho destas, sendo que para as partículas de tamanho inferior a 0.1 micron o mecanismo predominante é difusão e que para as de tamanho maiores de 1.0 micron a decantação se daria através de sedimentação.

Para tamanhos intermédios, os dois mecanismos, isto é difusão e sedimentação seriam importantes, não estando presentes de forma notável os mecanismos inerciais nem as atrações eletroforéticas (28).

Os mesmos autores sugerem um terceiro mecanismo de decantação de partículas em superfícies: a atração eletrostática, que seria consequência da carga das partículas em suspensão e cujo valor dependeria fundamentalmente do mecanismo de geração dela. Deste modo, as partículas geradas por atomização ou dispersão de pó estariam usualmente carregadas.

Assim também, as partículas geradas devido a outras condições como no caso das partículas geradas por condensação de vapores seriam neutras embora esta neutralidade se apresentaria de forma momentânea uma vês que estas se carregam ao colidir com os iões presentes no ar que as rodeia.

Baseado nestes conceitos, os mecanismos de difusão, sedimentação e atração eletrostática poderiam ser relacionados com o Federal Standard 209-B e desta maneira se determinar as condições de limpeza real nas peças e produtos que podem ser esperados num ambiente de determinada classe, quando estas são decantadas.

O método de quantificação de partículas decantadas através da utilização de pastilhas de silício, mostra ser um processo exato e simples de operar, não precisando de mais elementos além das pastilhas de silício e o analisador de imagens.

Por outra parte, as pastilhas de silício são de elevado custo, sendo re-aproveitáveis sô em casos que apresentem valores de contaminação baixos, podendo ser descontados na leitura final do analisador de imagens. Uma alternativa de mais baixo custo seria utilizar placas de vidro, similares as usadas nas análises ópticas, após um processo de limpeza adequado.

A utilização de placas de vidro como opção frente ao alto custo das pastilhas de silício poderia, no entanto, apresentar diferentes resultados na decantação uma vez que o vidro é isolante e o silício semicondutor. Esta diferença do material da superfície onde é depositada a partícula irá influir no mecanismo de atração eletrostática partícula e a superfície da pastilha ou da placa de vidro.

O analisador de imagens utilizado nas experiências tem um alto custo ( aprox. 85.000 dólares ) porém poderia ser utilizado, com as devidas adaptações, analisadores de imagens metalúrgicos, a um custo quase tres vezes menor.

Ainda, baseado em fotografias feitas ao microscópio podem se contar, visualmente, as partículas decantadas utilizando um processo de estereologia.

Um outro método alternativo, sem a utilização do analisador de imagens e pastilhas de silício estaria fundamentado na utilização de discos tipo Petri com um líquido. As partículas depositariam no líquido, sendo este analisado posteriormente com a utilização de um contador de partículas para meios líquidos através de raios laser. Este tipo de aparelho ( que foi utilizado em outras experiências deste trabalho ) tem um valor de 12.000 dólares, isto é, 7 vezes mais barato que o analisador de imagens Surfscan 3000.

O método utilizado na coleta das partículas para análise elemental se mostra, por outra parte, difícil de manusear, principalmente no que se refere à transferência das partículas para o meio líquido, para sua posterior concentração num filtro e análise ao microscópio eletrônico. O líquido aplicado na superfície da pastilha de silício para retirar as partículas apresenta, as vezes, tendência a fluir em direção à parte posterior da pastilha, podendo desta maneira agregar à amostra partículas da parte posterior.

#### 4.2. A CONTAMINAÇÃO GERADA PELAS VESTIMENTAS

---

As vestimentas usadas pelos operadores da sala limpa devem possuir características especiais no que se refere a três parâmetros importantes: a geração de partículas pelo atrito ao qual serão submetidas durante seu uso, a quantidade de compostos iônicos após a lavagem e a quantidade de materiais sólidos presentes e que podem se soltar com solventes.

Em 1968, quando começavam a ser usados trajes especiais na indústria óptica, de fabricação de satélites e posteriormente farmacêutica, foram criados parâmetros de limpeza pela Sociedade Americana de Testes e Materiais (ASTM), estabelecendo uma classificação de acordo com a quantidade de partículas que estas vestimentas geravam ao serem submetidas a uma passagem de ar. Esta especificação, chamada de ASTM F-51, foi gerada de acordo com as necessidades da indústria da época, sendo que foi estabelecido um limite máximo de tamanho de partículas para estes processos: 5.0 micra. Estas partículas, também, deveriam ser quantificadas de acordo com o instrumental disponível na época : a microscopia óptica

A especificação ASTM F-51 ainda é válida, não tendo sido modificada ou alterada nos seus métodos de ensaio. Porém, as necessidades da indústria, baseado particularmente no rápido desenvolvimento da indústria micro-eletrônica e de fabricação montagem de computadores, tem-se modificado grandemente foi mencionado no Capítulo 1 deste trabalho. Assim, hoje temos necessidade de controlar partículas com até 0.3 micron, isto é, de um tamanho 16 vezes menor que em 1968.

Por esta razão, foram realizadas neste trabalho duas experiências destinadas a quantificar as partículas contidas nos trajes usados pelos operadores dentro da sala limpa: uma de acordo com os parâmetros estabelecidos pela ASTM para quantificação de partículas maiores de 5.0 micra através de contagem óptica e outra mais de acordo com as necessidades atuais da indústria para quantificação de partículas menores, de até 0.3 micron, considerado o limite crítico na fabricação e montagem de micro-circuitos e computadores em 1988.

Além de ser idealizado um método de quantificação mais adequado aos instrumentos acessíveis hoje, foi determinada a quantidade de compostos solúveis em água e a quantidade de compostos iônicos presentes nas vestimentas após o processo de lavagem, uma vez que os ions presentes poderiam se depositar em superfícies críticas e reagir com o material base, produzindo compostos químicos capazes de atacar estas superfícies.

### EXP. 3.- QUANTIFICAÇÃO ÓPTICA DOS CONTAMINANTES

Método: foram examinados 04 conjuntos de roupa a serem utilizados pelos operadores. Dois conjuntos correspondiam a vestimentas novas e dois após lavagem numa lavanderia classificada como Classe 100.

Para a coleta de partículas foi utilizado o método recomendado pela A.S.T.M. F-51.68, onde as partículas são extraídas deixando passar um fluxo de 14 litros por minuto de ar previamente filtrados, através do pano dos trajes utilizados pelos operadores. O ar passa por um filtro colocado após o pano, de forma que as partículas liberadas pela aplicação da passagem do ar são depositadas nele, sendo logo quantificadas manualmente no microscópio óptico, segundo método especificado pela ASTM F-25, do ano 1968.

A coleta e contagem de partículas nos filtros foi realizada sob o fluxo laminar de uma bancada vertical classe 100. Para a coleta, foi utilizado um coletor de aço, da marca Millipore especialmente projetado para estas medidas. Para a contagem óptica, foi utilizado um microscópio Nikon K-II com aumento de 400 vezes, com escala graduada na ocular.

De acordo com o método ASTM F-51, a coleta deve ser efetuada em 5 pontos definidos ( correspondentes a peito, axila, cintura, joelho e parte posterior, no assento ) e quantificadas através da soma das partículas encontradas nestes locais.

O coletor e o sistema de coleta pode ser visto na Fig. 28.

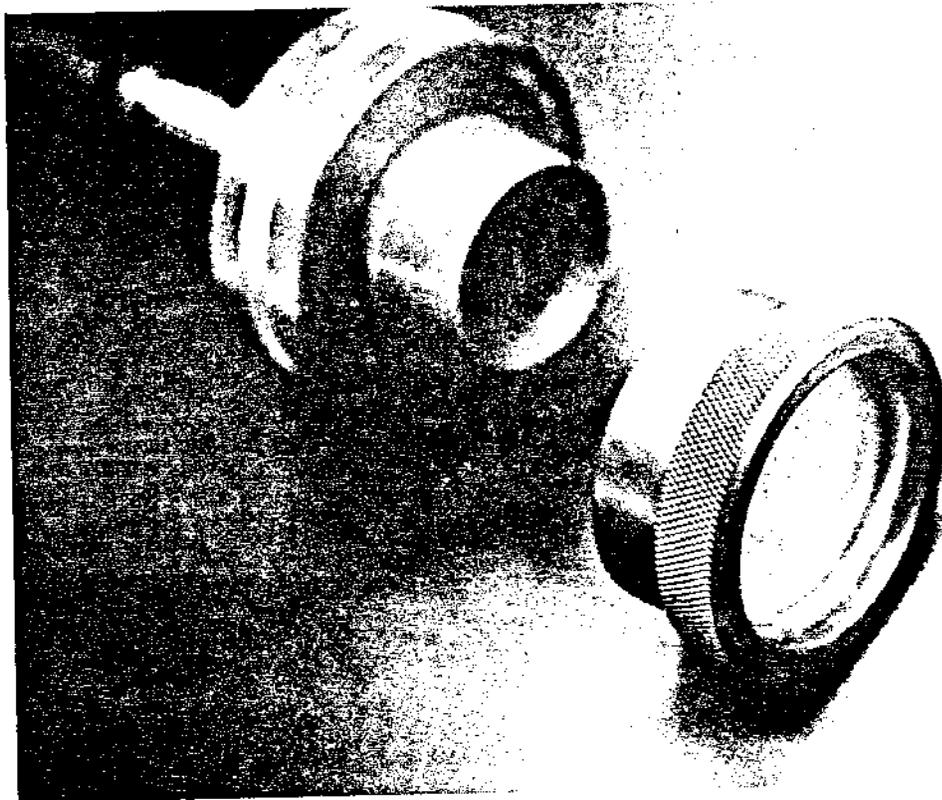


Fig 28 - Sistema de coleção de partículas conforme o ASTM F-51.

Resultados

AMOSTRA	Condição	Part./cm <sup>2</sup> ( >5.0 u)	Part./Traje ( >5.0 u)
A	Sem uso	19.3	772.000
B	Sem uso	21.2	848.000
C	Lavado	24.5	980.000
D	Lavado	23.8	952.000

#### EXP. 4.- QUANTIFICAÇÃO POR CONTAGEM ELETRÔNICA

Como já mencionado antes foi desenvolvido um método de medida com algumas vantagens sobre o proposto pela norma ASTM F-51. A contagem das partículas é direta (evitase o uso de filtro intermediário, é possível determinar partículas menores ( 0.3  $\mu$ m ) e utiliza-se equipamento mais sofisticado que reduz em muito o tempo para a obtenção dos resultados.

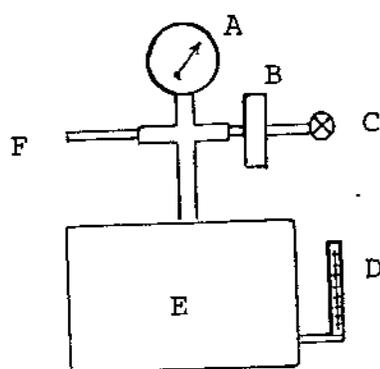
O método utiliza um contador eletrônico de partículas MET-ONE, cujo principio de operação esta baseado na emissão de luz por uma fonte halogenia de quartzo e a dispersão provocada pelas partículas que atravessam o feixe de luz. O feixe é captado por sensores ópticos, o que permite sua quantificação eletronicamente.

Para que se pudesse avaliar o método foram reproduzidas as mesmas condições estipuladas pelo ASTM F-51, isto é, a aplicação de uma pressão de aspiração de 180 mm de Hg sobre o pano, para soltar as partículas, com uma passagem de um fluxo de 14 litros por minuto.

Na Fig. 29 pode ser vista a montagem do novo sistema e os resultados obtidos são apresentados nesta página. Maiores detalhes sobre o contador eletrônico são oferecidos no apêndice deste trabalho.

#### Resultados

AMOSTRA	Condição	Part./cm <sup>2</sup> ( >5.0u )	Part./cm <sup>2</sup> ( >1.0u )
A	Sem uso	23.8	9.453
D	Lavado	30.0	14.584



- A = Manômetro
- B = Filtro 0.2 um
- C = Válvula de ar
- D = Rotâmetro
- E = Contador de partículas
- F = Sensor de contacto com o tecido ( entrada do ar)

Fig. 29 - Esquema do sistema de quantificação de partículas proposto, baseado em contagem óptica-eletrônica.

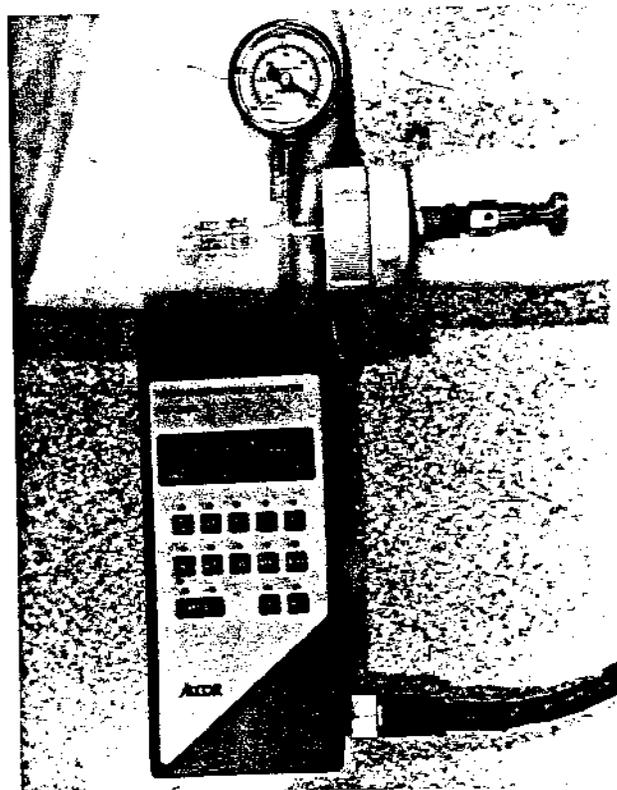


Fig. 30 - Sistema de contagem de partículas proposto, montado num contador de partículas a raios laser portátil ATCOR.

Resultados:

Concentrações de material (ppm) \*

Amostra	F <sup>-</sup>	Cl <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub>
A - Nova	0.030	0.303	0.127	0.363	0.642
B - Nova	0.033	0.236	0.122	0.160	0.534
C - Lavada	0.048	0.379	0.141	0.086	0.950
D - Lavada	0.036	0.309	0.113	0.089	0.867

Total de materiais por traje (mg) \*\*

Amostra	F <sup>-</sup>	Cl <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub>	NO <sub>3</sub>	SO <sub>4</sub>
A - Nova	0.28	2.86	1.20	0.44	4.58
B - Nova	0.30	2.22	1.16	1.54	3.56
C - Lavada	0.44	3.52	1.30	0.80	7.22
D - Lavada	0.34	2.90	1.06	0.84	6.64

\* Concentração iônica em ppm

\*\* Concentração normalizada a total de materiais por traje examinado

EXP. 6.- EXTRAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS

Método: após a análise no cromatógrafo, 200 ml da amostra líquida foram evaporados para quantificação dos resíduos sólidos contidos. Os valores obtidos em mg em cada amostra foram padronizadas ao valor do peso total do traje, obtendo-se os seguintes resultados.

Amostra	resíduos em 200 ml (mg)	Resíduos por traje (mg)
A - Nova	0,0010	23,66
B - Nova	0,0012	28,39
C - Lavada	0,0014	33,13
D - Lavada	0,0019	44,97

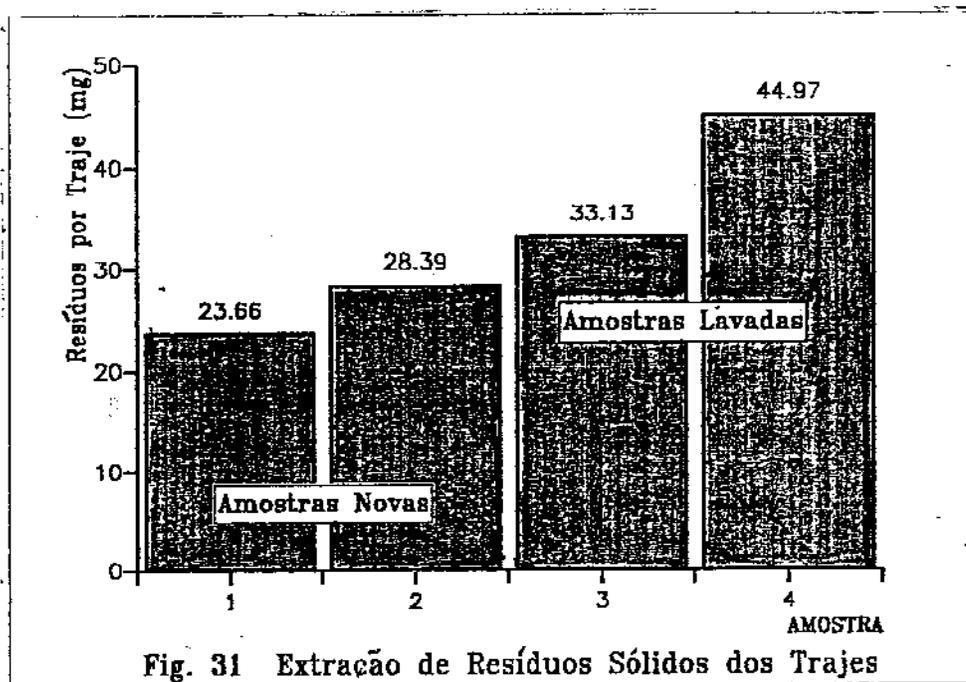


Fig. 31 Extração de Resíduos Sólidos dos Trajes

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

As vestimentas testadas pelo método A.S.T.M. apresentaram uma média de 20 partículas maiores de 5.0 micra por cada centímetro quadrado para as vestimentas novas, e 24 partículas por centímetro quadrado para as lavadas em ambiente controlado.

As mesmas vestimentas, amostras A e D, foram testadas utilizando o sistema de contagem proposto, através da utilização do contador óptico-eletrônico Met-One. Os resultados diferem dos obtidos mediante a contagem óptica, sendo que foram encontradas 24 partículas de tamanho maior a 5.0 micra por centímetro quadrado na amostra nova, e 30 na amostra lavada.

Os valores encontrados pelos dois métodos representam, em termos de partículas maiores de 5.0 micra por traje, uma grande diferença: 213.000 partículas a mais nos trajes novos e 351.000 a mais nos trajes lavados, considerando uma superfície total de 3 metros quadrados por traje.

Esta diferença obtida pela comparação de resultados dos métodos da ASTM F-51 e o novo método óptico-eletrônico proposto pode ser interpretada como inerentes a erros cometidos durante a contagem óptica no método recomendado pela ASTM.

Por outra parte, nas amostras A e D também foram quantificadas as partículas maiores de 1.0 micron, obtendo-se valores que, padronizados a centímetros quadrados representam aproximadamente 9.500 partículas para a amostra nova e 14.600 para a amostra lavada.

As concentrações de materiais iônicos observadas nas amostras lavadas apresentam os seguintes resultados, em media, quando comparadas com as novas:

	F	Cl	PO <sub>4</sub>	NO <sub>3</sub>	SO <sub>4</sub>
Amostras Lavadas	+ 33 %	+ 27 %	0	- 17 %	+ 70 %

Os resíduos sólidos, obtidos por evaporação, mostram também uma diferença considerável, perto de 50 % a mais nos trajes lavado.

A diferença de resultados entre os dois sistemas confrontados, o A.S.T.M. e o sistema óptico-eletrônico, pode ser interpretado como resultante da comparação entre um sistema subjetivo, como é o sistema óptico, e um sistema objetivo, eletrônico. Este, atendendo todas as exigências do sistema usado pela ASTM no que se refere ao modelamento da experiência, apresenta resultados que diferem em até 25 % dos valores obtidos com o modelo original.

Este sistema óptico-eletrônico se mostra, pela sua objetividade, mais confiável que o sistema da A.S.T.M., sendo não só utilizável para a quantificação de partículas de 5.0 micra, como para partículas até 0.1 micron, dependendo da capacidade do aparelho eletrônico quantificador usado.

Os resultados obtidos nas Experiências 5 e 6, quantificação dos materiais iônicos e extração de resíduos sólidos, se mostram adequados a análise do processo, e de acordo com estes podem se escolher melhor os materiais utilizados para a lavagem dos trajes.

### 4.3. A CONTAMINAÇÃO RETIDA PELAS MÁSCARAS PROTETORAS

---

As máscaras faciais a serem utilizadas pelos operadores na sala limpa foram ensaiadas em função da capacidade de retenção de partículas exaladas pela respiração dos operadores durante o período de trabalho. As máscaras utilizadas para estes ensaios foram confeccionadas do mesmo material que as roupas, estando nas mesmas condições de limpeza que estas.

O objetivo principal destes ensaios foi determinar o grau de proteção efetivo das máscaras faciais quanto a não deixar passar partículas sólidas durante duas condições extremas: a respiração de uma pessoa que acabou de fumar um cigarro e a ação de tossir com uma força moderada.

**Método:** 4 operadores roupa completa e máscaras foram submetidos a testes de retenção de partículas, dentro da sala limpa Classe 100.

Foi instalado um contador de partículas aéreas a laser a 100 mm abaixo da fase do operador e registrado os valores das partículas exaladas pela sua respiração nasal normal por espaço de 15 minutos, para fumantes.

Os mesmos operadores tiveram quantificadas as partículas exaladas nas mesmas condições, porém com a proteção das máscaras.

Numa segunda parte da experiência foram quantificadas as partículas expelidas por tosse do operador (isto é, pela boca) nas duas condições, com e sem máscara.

As anotações feitas correspondem à partículas maiores de 0.5 micron geradas por operadores fumantes num espaço de 15 minutos, à partículas geradas pelos mesmos operadores tossindo (em amostragem de 7 segundos, que corresponde à uma aspiração de 0.25 pés cúbicos por minuto, padrão do aparelho). É também feita uma comparação das partículas geradas com e sem a proteção da máscara.

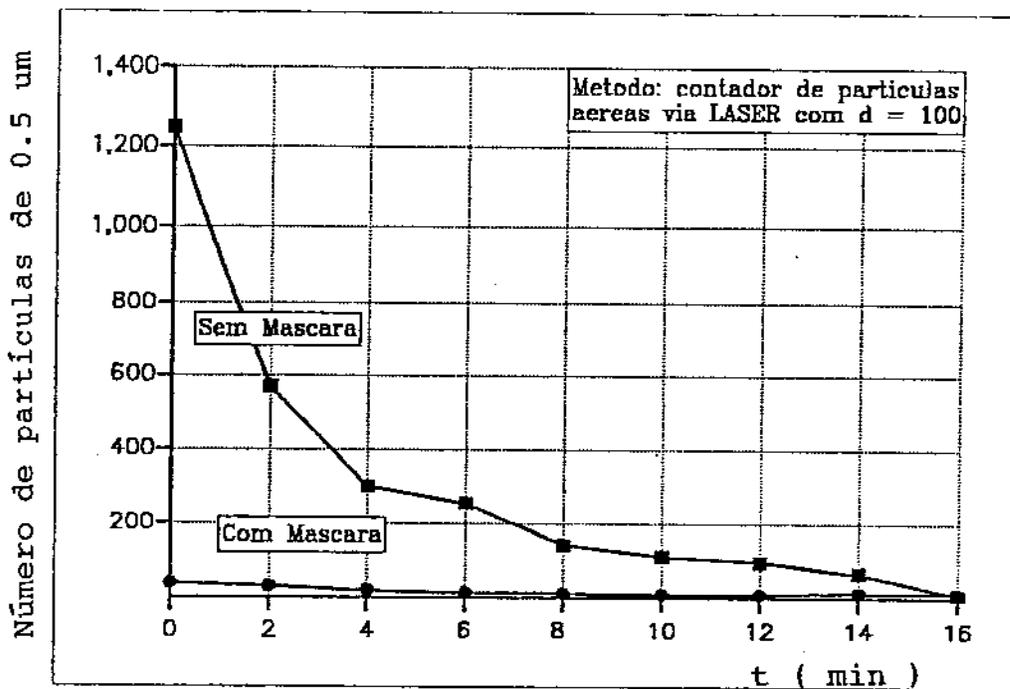


Fig. 32.- O método utilizado para contagem de partículas produzidas por respiração e tosse humana.

Exp. 7. RETENÇÃO DE PARTÍCULAS GERADAS POR FUMANTES.

Amostra: foram quantificadas as partículas sólidas emitidas por operadores fumantes durante a respiração nasal, imediatamente após ter fumado um cigarro, ( tempo zero ) O tamanho das partículas medidas corresponde a maiores de 0.5 micron, sendo o tempo de medição de 1 minuto. A experiência foi desenvolvida numa sala classe 100.

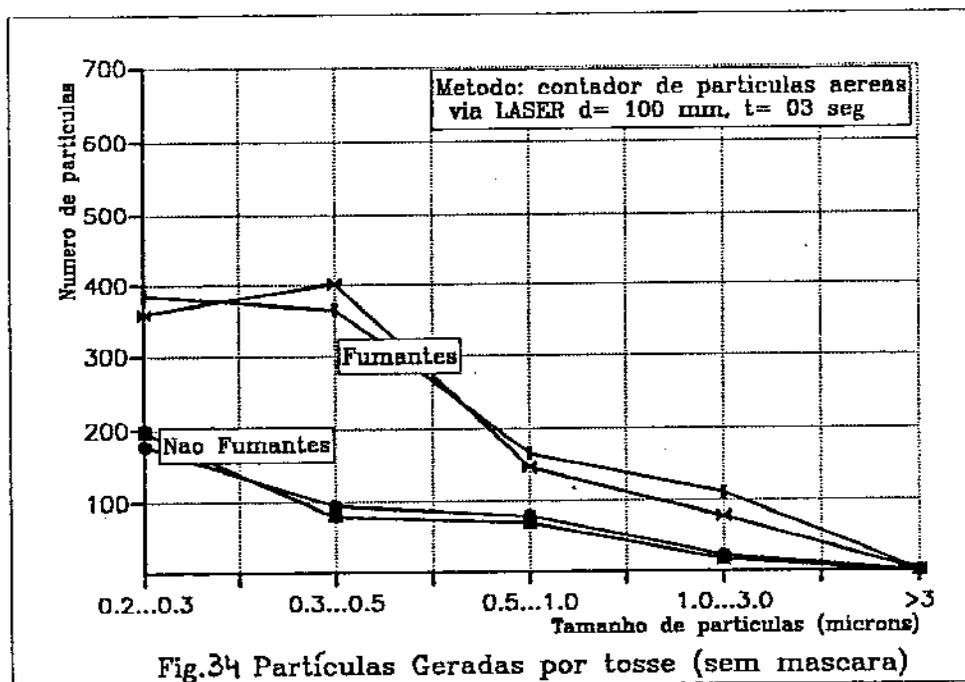
Tempo (min)	0	2	4	6	8	10	12	14	16
OP. Sem Máscara	1248	568	302	256	143	113	99	70	12
Op. Com Máscara	41	33	22	16	15	12	12	11	08



Exp. 8.- GERAÇÃO DE PARTÍCULAS POR TOSSE, SEM MÁSCARA.

Amostra: Os quatro operadores ensaiados simularam tosse por espaço de aproximadamente 1 segundo, estando sem máscara protetora. Dois operadores eram fumantes (F) e dois não fumantes (NF). Os resultados são a média de três medições, efetuadas 5 minutos após os fumantes terminarem de fumar.

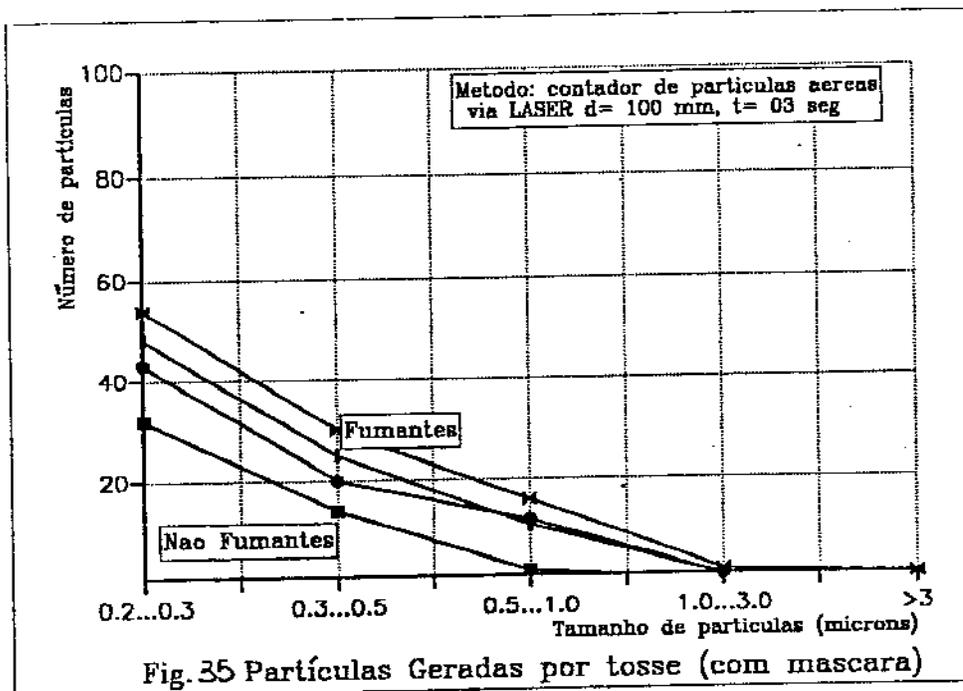
Tamanho (u)	0.2-0.3	0.3-0.5	0.5-1.0	1.0-3.0	> 3.0
Op. 1 (NF)	198	80	70	17	0
Op. 2 (NF)	178	95	80	23	1
Op. 3 (F)	359	402	148	78	1
Op. 4 (F)	386	365	167	112	2



Exp. 9.- GERAÇÃO DE PARTÍCULAS POR TOSSE, COM MÁSCARA

Amostra: Os quatro operadores anteriores simularam tosse nas mesmas condições anteriores e as medidas foram feitas pelo mesmo processo.

Tamanho (u)	0.2-0.3	0.3-0.5	0.5-1.0	1.0-3.0	> 3.0
Op. 1 (NF)	32	14	02	0	0
Op. 2 (NF)	43	20	12	1	0
Op. 3 (F)	54	30	16	2	1
Op. 4 (F)	48	25	11	1	0



## ANÁLISE DOS RESULTADOS

O teste de retenção de partículas geradas pela respiração de pessoas após fumarem um cigarro é bastante claro, uma vez que mostra uma proteção de até 96.7 % das partículas maiores de 0.5 micron no caso da medição imediatamente após ter fumado. Esta proteção da máscara facial continua sendo efetiva até praticamente 15 minutos após essa pessoa ter fumado, isto é, só após 15 minutos de uso tornaria-se dispensável no que se refere à proteção contra partículas sólidas expelidas por respiração após fumar.

No caso dos resultados obtidos sem as máscaras no teste de simulação de tosse, também vemos uma diferença notável entre as partículas sólidas geradas por fumantes e não fumantes, embora estes resultados sejam de difícil interpretação uma vez que podem entrar neles variáveis não computadas, como a geração de partículas líquidas de saliva, sendo dependentes da forma e força usada para a geração da tosse simulada.

## CONCLUSÕES

Ao comparar estes resultados com os obtidos pela experiência de capacidade de retenção da máscara pode-se concluir que sua utilização contribui para uma retenção de até 87 %, no caso das partículas de 0.2-0.3 micron expelidas por fumantes sem a proteção facial. Também, para partículas maiores, de 1 a 3 micra, esta proteção é quase total, da ordem de 98 %, como pode ser observado na figura 36.

Pelos resultados obtidos, a proteção das máscaras pode ser considerada de uso fundamental dentro das salas de ambiente controlado, uma vez que protege, filtrando, uma maior parte das partículas sólidas geradas tanto pela respiração normal dos indivíduos fumantes como por atos involuntários como a tosse durante as operações cirúrgicas.

O método utilizado para quantificar as partículas geradas pela respiração e tosse mostrou-se particularmente eficaz na quantificação de partículas exaladas por fumantes sem a proteção da máscara, apresentando resultados que mostram diretamente a necessidade de sua utilização durante os processos de fabricação com ambientes controlados.

Na Fig. 36, pode ser observada a porcentagem de retenção das partículas de diferentes tamanhos na condição mais extrema testada: fumantes com tosse.

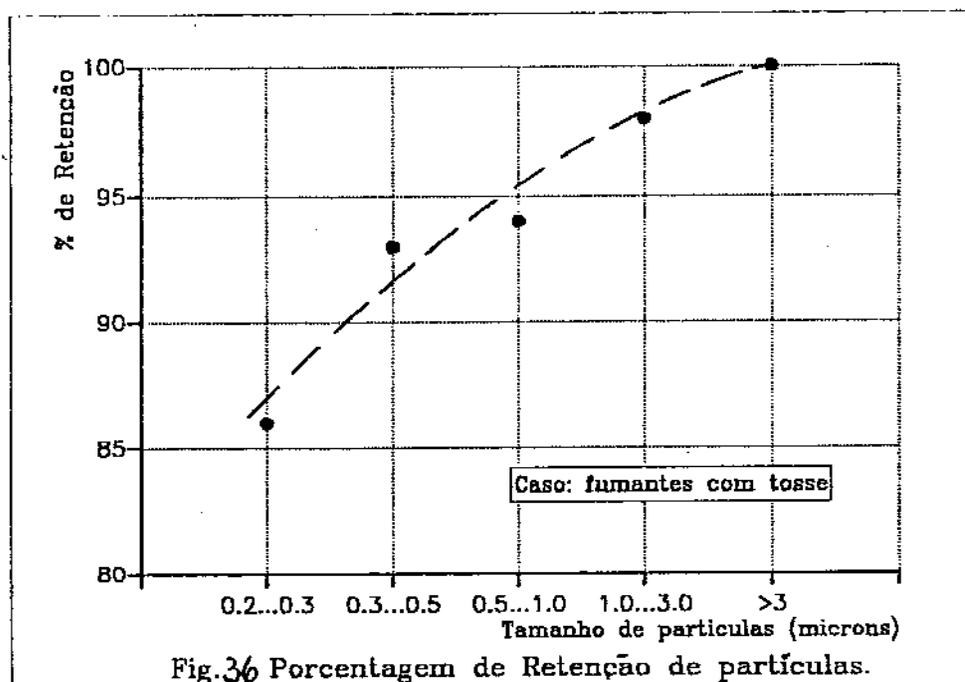


Fig. 36.- Capacidade de retenção das máscaras no caso de fumantes com simulação de tosse.

#### 4.4. ENSAIOS FEITOS NAS LUVAS DOS OPERADORES

---

De acordo com a utilização das luvas durante o processo, ficou determinado que estas deveriam apresentar as seguintes características: transferir um mínimo de material durante o contacto superficial, serem construídas com um material resistente aos solventes mais comuns do processo (neste caso Triclorotrifluoretano e álcool isopropílico), conter uma baixa quantidade de materiais inorgânicos e orgânicos que poderiam se transferir para superfícies especialmente quando se tratam de discos magnéticos de gravação de dados, e com isto provocar falhas superficiais como no caso do cloro ou sódio. Outras características físicas, como tamanho, elasticidade, resistência a tensão do material, não foram ensaiadas uma vez que estas características são de relativamente fácil controle durante o processo de fabricação.

Foram examinadas luvas de látex de fabricação nacional e usadas normalmente em processos relativamente limpos, como na indústria farmacêutica e óptica, e também utilizadas nos processos cirúrgicos. Estes três tipos de luvas podem ser adquiridas normalmente no mercado nacional.

Usamos para exame 3 tipos de luvas (de látex) sendo os seus resultados comparados com 2 tipos de luvas de látex de fabricação americana usadas em processos limpos. Ainda, para efeitos comparativos, foram testadas dois tipos de luvas de Polivinil-Cloreto (PVC), de fabricação americana.

As amostras foram identificadas por as siglas SL, MB e MC (todas de látex, brasileiras) e AP e MU (látex, americanas) e LL e 310 (PVC, americanas).

Assim, foram realizados os seguintes ensaios:

- 1.- Material depositado por contato
- 2.- Análise estrutural da superfície
- 3.- Análise quantitativo da limpeza
- 4.- Análise qualitativo da limpeza
- 5.- Caracterização das partículas metálicas encontradas
- 6.- Extração de material inorgânico
- 7.- Identificação óptica das partículas superficiais
- 8.- Análise da perda de material por contacto com solventes

## Exp. 10.- MATERIAL DEPOSITADO POR CONTACTO EM SUPERFÍCIES

---

Método: Cada luva, individualmente, foi calçada na mão em uma capela de fluxo laminar. Uma vês calçada, o dedo indicador foi pressionado contra uma pastilha de silício do tipo utilizado em fabricação de circuitos integrados e em estado final de limpeza ( Zero partícula maior de 0.1 micron na sua superfície ).

Uma vez transferidas as impressões através do toque, as pastilhas de silício foram colocadas sob um microscópio estéreo Nikon, tipo AK-II, com iluminação num ângulo de incidência de aproximadamente 30 graus, para permitir uma visualização e avaliação subjetiva, sendo feitas fotografias a 60 X.

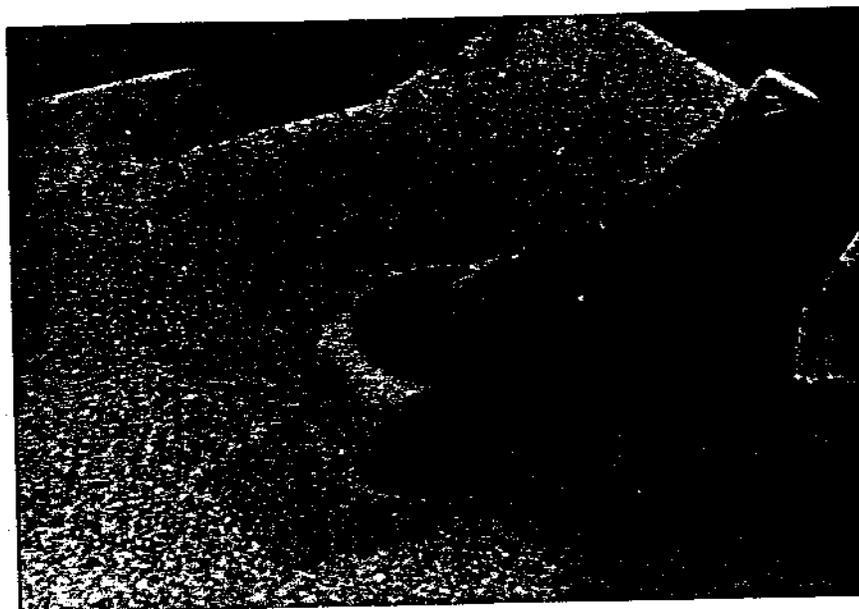


Fig 37, Método utilizado para a impressão digital em pastilhas de Si

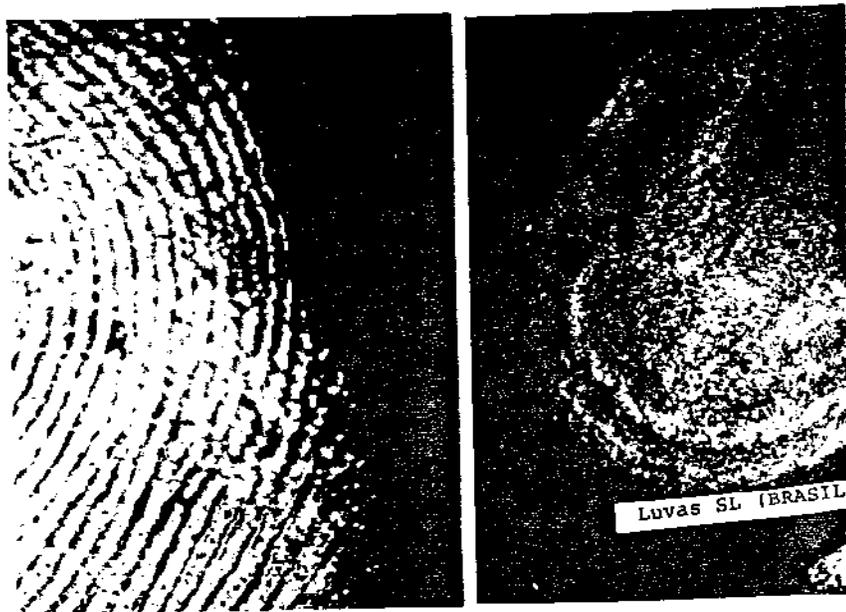


Fig 38, Impressões de dedo e luva em pastilhas de silício

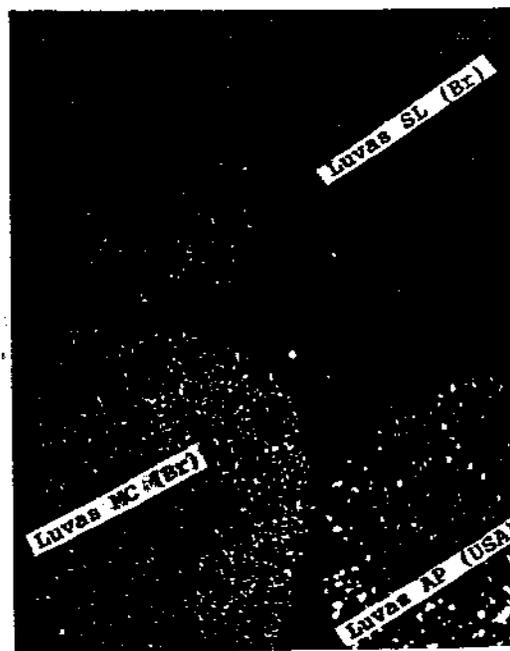


Fig 39, Comparação da impressão de diversas luvas em pastilhas de Si

Exp. 11 ANÁLISE ESTRUTURAL DA SUPERFÍCIE DAS LUVAS

---

Método: Foram cortadas superfícies de aproximadamente 1 cm<sup>2</sup> de cada luva e coladas individualmente em discos de grafite através de uma fita adesiva de dupla face. Posteriormente os discos contendo as amostras do material foram cobertos com uma camada de ouro durante 10 segundos, para permitir seu análise estrutural no microscópio eletrônico à 200 e 1000 X.

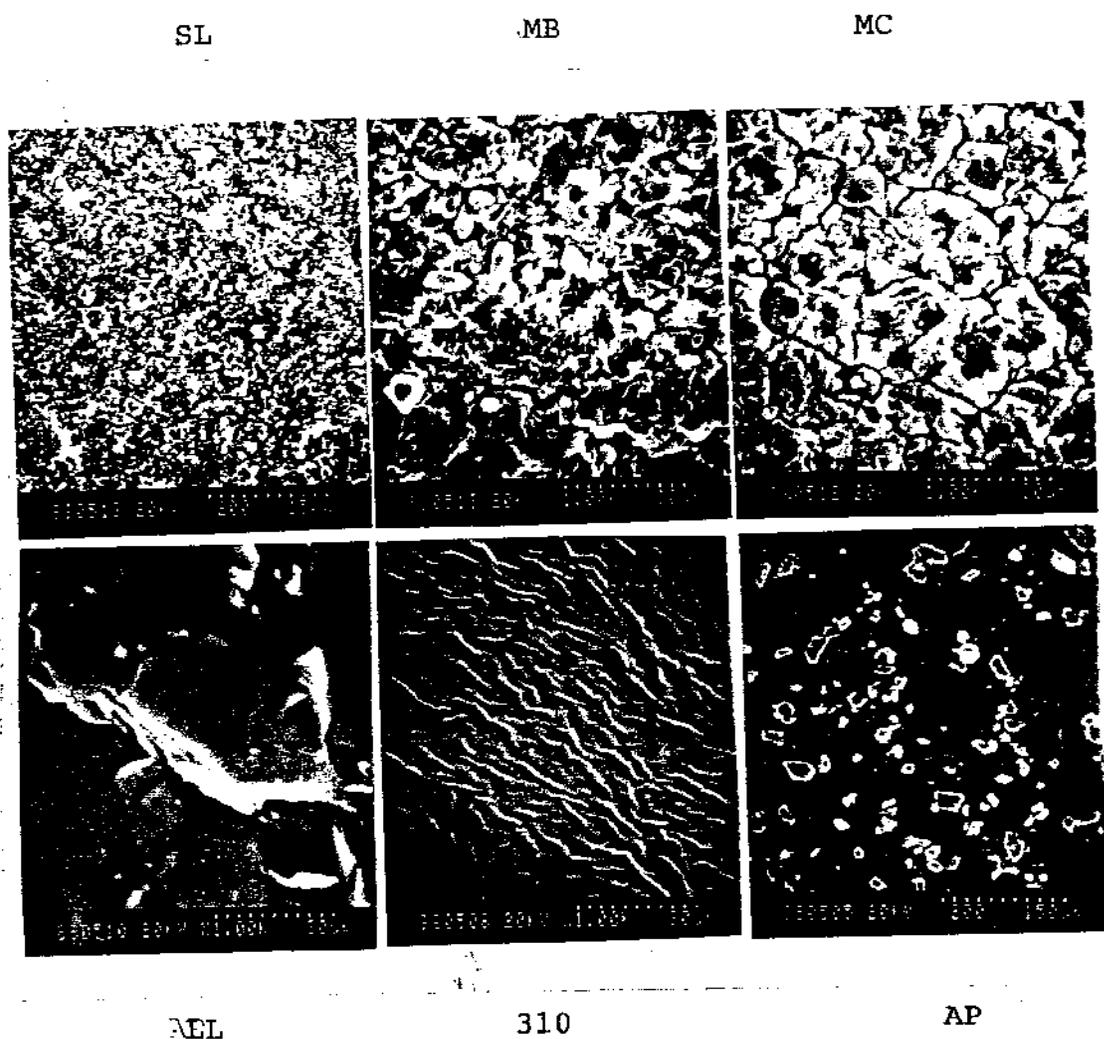


Fig 40 - Diferenças estruturais da superfície das luvas

## Exp. 12 ANÁLISE QUANTITATIVO DE LIMPEZA

---

Método: As luvas foram colocadas individualmente em recipientes de vidro tipo beakers previamente lavados com uma solução de ácido clorídrico à 50 %. Foi agregado 250 ml de solução de água deionizada e Triton ao 1 % ( composto para reduzir a tensão superficial ), de maneira a cobrir totalmente a luva. A seguir, os beakers foram colocados sobre uma mesa vibratória de movimentos orbitais, a 200 RPM, durante 10 minutos.

Posteriormente a luva era retirada e colocada em seu lugar uma barra agitadora, para manter a solução homogênea porem a uma velocidade tal que não produzisse turbulências nem borbulhas. Após um minuto de agitação, era conectada a mangueira de sucção do contador de partículas em líquidos CLIMET CI-1000, fazendo-se 3 leituras de 25 ml e obtendo-se a média delas.

O contador de partículas em líquidos Climet CI-1000 é uma unidade semelhante aos contadores de partículas aéreas a Laser, porem trabalha com elementos fluídos. O líquido a ser testado é agitado num recipiente de vidro para homogeneização e aspirado posteriormente através de um tubo que o conduz à câmara sensória, sendo atravessado por um raio laser. Por meio de um sistema óptico, foto-detetores selecionam e quantificam as partículas contidas na amostra que esta circulando através dele.

O contador de partículas em líquidos Climet CI-1000 é mostrado na Fig. 41 e seu detalhamento pode ser encontrado no apêndice deste trabalho.

Os resultados obtidos em três medições de 25 ml foram extrapolados à 500 ml ( volume em que estavam imersas as luvas ) para assim obter a quantidade total de partículas por luva ensaiada.

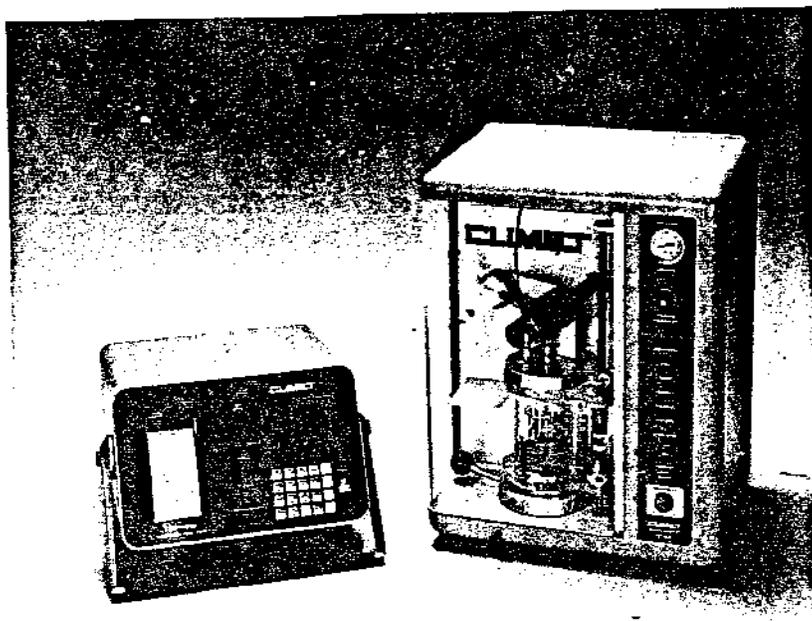


Fig. 41 - O contador de partículas em líquidos Climet CI-1000

Resultados:

A.- Quantificação das partículas encontradas por tamanho

Amostra: SL, Látex, Brasil. ( em milhares de partículas )

	<u>5..10u</u>	<u>10..15u</u>	<u>15..25u</u>	<u>25..50u</u>	<u>50..100u</u>	<u>&gt; 100u</u>
Amostra 1	7.610	4.500	255,4	13,2	0,080	0
Amostra 2	6.180	1.000	120,4	8,8	0,120	0
Amostra 3	6.360	930,0	112,0	8,4	0,200	0
Amostra 4	3.230	4.960	658,3	24,7	0,340	0
Triton	11,3	0.70	4,10	0,7	0,160	0
Água DI	1,6	0.62	0,34	0,04	0	0

B.- Tamanho das partículas por luva, cumulativo

---

Amostra: SL, Látex, Brasil ( milhares de partículas )

	> 5u	> 10u	> 15u	> 25u	> 50u	> 100u
Amostra 1	12.380	4.770	268,7	13,2	0,080	0
Amostra 2	7.310	1.130	129,3	8,2	0,012	0
Amostra 3	7.450	1.080	120,6	8,6	0,200	0
Amostra 4	8.880	5.650	683,4	25,1	0,340	0
Triton	23,5	12,2	5,0	0,9	0,160	0
água DI	2,6	1,0	0,3	0,04	0	0

C.- Comparação das partículas por luva, cumulativo

---

AMOSTRA	MATERIAL	ORIGEM	PARTÍCULAS > 5u ( Em milhões )
SL	Látex	Brasil	12.38
MB	Látex	Brasil	18.75
MC	Látex	Brasil	17.11
AP	Látex	E.U.A.	6.00
LU	Látex	E.U.A.	6.30
LL	PVC	E.U.A.	0.25
310	PVC	E.U.A.	0.10

## Exp. 13 ANÁLISE QUALITATIVA DA LIMPEZA

---

Método: As luvas foram colocadas individualmente em recipientes contendo 500 ml de água deionizada ( previamente filtrada em filtros de porosidade 0,2 u ) e Triton X-100 a 0.1 % como surfactante.

Logo, o recipiente contendo a luva foi agitado no vibrador ultra-sônico por 10 minutos para remoção das partículas nas superfícies. Após a agitação, as luvas foram retiradas e a solução de água deionizada e Triton foi filtrada em filtros Millipore de celulose, porosidade 0.45 micra, mediante a utilização de uma bomba de vácuo.

Os filtros foram retirados dos seus porta-filtros e colocados em frascos individuais contendo 25 ml de acetona, sendo dissolvidos mediante a agitação manual do frasco por 20 segundos. A seguir, os frascos contendo as partículas filtradas e o filtro dissolvido foram colocados num Turbidímetro, para quantificar a turbidez da solução e assim estabelecer parâmetros comparativos de limpeza entre as amostras examinadas através da diferença de passagem de luz por uma amostra padrão e a amostra em questão. Detalhes do Turbidímetro podem ser vistos no apêndice.

### Resultados :

<u>AMOSTRA</u>	<u>MATERIAL</u>	<u>ORIGEM</u>	<u>TURBIDEZ (*)</u>
Luvax SL	Látex	Brasil	230
Luvax MB	Látex	Brasil	332
Luvax MC	Látex	Brasil	312
Luvax AP	Látex	E.U.A.	142
Luvax MU	Látex	E.U.A.	175
Luvax LL	PVC	E.U.A.	30
Luvax 310	PVC	E.U.A.	15

(\*) Unidades Nefelométricas de Turbidez (UNT)

## Exp. 14 CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS METÁLICAS

---

Método: Os filtros contendo as partículas quantificadas foram cobertos com um filme de ouro por "sputtering", sendo preparadas para a análise no microscópio eletrônico e Raio-X e assim obter a sua composição elemental.

Para estas análises foi utilizado o sistema Hitachi-Le-mont-KeveX citado anteriormente, funcionando manualmente com aumento de 1000 x.

### Resultados:

<u>AMOSTRA</u>	<u>MATERIAL</u>	<u>ORIGEM</u>	<u>PARTÍCULAS ENCONTRADAS</u>
Luvax SL	Látex	Brasil	MgSi, MgSiS, ZnS
Luvax MB	Látex	Brasil	MgSi
Luvax MC	Látex	Brasil	MgSi
Luvax AP	Látex	E.U.A.	Não se observaram
Luvax MU	Látex	E.U.A.	Não se observaram
Luvax LL	PVC	E.U.A.	Não se observaram
Luvax 310	PVC	E.U.A.	Não se observaram



Fig. 42.- Partículas encontradas na superfície das luvas SL

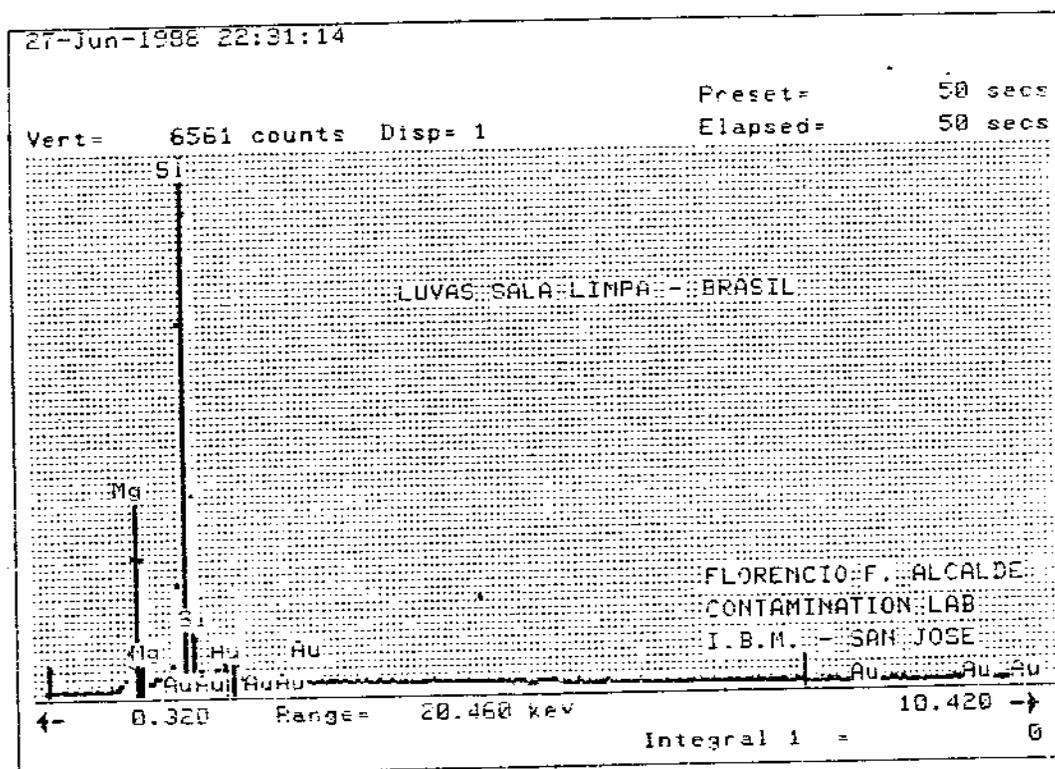


Fig. 43.- Análise elemental das partículas encontradas nas luvas SL

Exp. 15 EXTRAÇÃO DE PARTÍCULAS INORGÂNICAS

---

Método: Cada luva foi colocada em recipientes de vidro contendo 100 ml de água deionizada, e levadas a um agitador orbital durante uma hora. A seguir, era extraído 1 ml da solução e levado a outro beaker de 10 ml, onde era completado com água deionizada. Também, era extraído 1 ml da mesma solução que continha as luvas e colocado num beaker, porém sem diluir com água, para comparar o resultado.

A seguir, as amostras eram analisadas no Cromatógrafo Dionex, obtendo-se resultados em microgramas de resíduos inorgânicos para cada amostra de luvas conforme a fórmula:

$$\text{Quantidade de inorgânicos} = (A+B+C) / 3 \times 100 \quad (\text{mg/luva})$$

onde A+B+C = concentração para tres amostras em mg/ml.

Os resultados estão expressos em Haletos ( F+Cl+Br+I ), Nitratos ( NO<sub>3</sub> ), Sulfatos ( SO<sub>4</sub> ) e Fosfatos ( PO<sub>4</sub> ).

Resultados:

<u>Amostra</u>	<u>Material</u>	<u>Origem</u>	<u>Haletos</u>	<u>Nitratos</u>	<u>Sulfatos</u>	<u>Fosfatos</u>
Luva SL	Látex	Brasil	450	125	135	160
Luva MB	Látex	Brasil	550	200	180	180
Luva MC	Látex	Brasil	470	130	180	180
Luva AP	Látex	E.U.A.	250	80	120	120
Luva MU	Látex	E.U.A.	280	200	150	130

## Exp. 16 ANÁLISE ÓPTICA DAS PARTÍCULAS SUPERFICIAIS

---

Método: para o exame óptico, foram pressionadas as superfícies do dedo indicador de cada amostra em lâminas de microscópio para transferir material para a superfície de análise. Posteriormente as partículas aderidas nas lâminas porta-amostra foram cobertas com um óleo de índice de refração de 1.66 para se observar ao microscópio a possível presença de partículas de talco e amido.

A seguir, foram examinadas num microscópio Zeiss Research à 400 x de aumento. As partículas observadas foram comparadas com partículas padrões do Particulate Atlas, do Mac-Crone Institute, Chicago, Estados Unidos.

Este método, microscopia óptica com referencial padronizado permite identificar partículas tanto metálicas quanto orgânicas, através da polarização da luz do microscópio e a utilização de óleos de referência com índice de refração conhecido. Maiores detalhes podem ser encontrados no apêndice deste trabalho.

### Resultados:

AMOSTRA	MATERIAL	ORIGEM	PARTÍCULAS OBSERVADAS
Luvax SL	Látex	Brasil	Amido e talco
Luvax MB	Látex	Brasil	Talco
Luvax MC	Látex	Brasil	Talco
Luvax AP	Látex	E.U.A.	Amido
Luvax MU	Látex	E.U.A.	Não foram observadas
Luvax LL	PVC	E.U.A.	Não foram observadas
Luvax 310	PVC	E.U.A.	Não foram observadas



Fig. 44.- Partículas de talco (microscopía eletrônica )

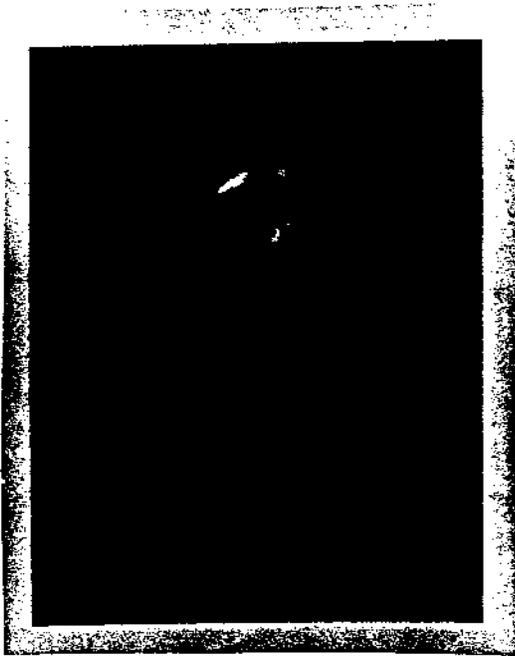


Fig. 45.- Partícula de amido (microscopía óptica a 600 x)

## Exp. 17 ANÁLISE DA PERDA DE MATERIAL POR USO DE SOLVENTES

---

Método: Cada luva foi introduzida em recipientes de vidro previamente lavados com uma solução de ácido clorídrico à 50 %. Posteriormente foi agregado 250 ml de Freon, deixando a luva completamente submersa, cuidando para que o líquido entrasse na sua parte interior, isto é, palma e dedos.

Após um repouso de 2 horas, as luvas foram retiradas, sendo drenado o Freon durante 1 minuto. Logo, o Freon remanescente foi colocado em recipientes de papel alumínio previamente pesados e deixando-se evaporar o conteúdo sob o fluxo laminar vertical da bancada de trabalho.

Logo, após constatada a evaporação total, numa média de 10 horas, os recipientes de alumínio foram pesados novamente e seu peso comparado ao original.

Este mesmo procedimento foi repetido com o outro solvente normalmente utilizado nos processos limpos : álcool isopropílico ( A.I.P.).

### Resultados:

<u>AMOSTRA</u>	<u>MATERIAL</u>	<u>ORIGEM</u>	<u>FREON*</u> % peso	<u>A.I.P.</u> % peso
Luvax SL	Látex	Brasil	2.80	2.50
Luvax MB	Látex	Brasil	2.35	2.80
Luvax MC	Látex	Brasil	2.65	2.90
Luvax AP	Látex	E.U.A.	4.00	3.60
Luvax MU	Látex	E.U.A.	1.50	1.30
Luvax LL	PVC	E.U.A.	3.90	1.00
Luvax 310	PVC	E.U.A.	2.80	1.80

\* Freon TF

## ANÁLISE DE RESULTADOS

Na fotografia No        pode ser observada a diferença da transferência por contacto da superfície da luva ( impressão digital coberta com a luva ) entre diferentes luvas analisadas.

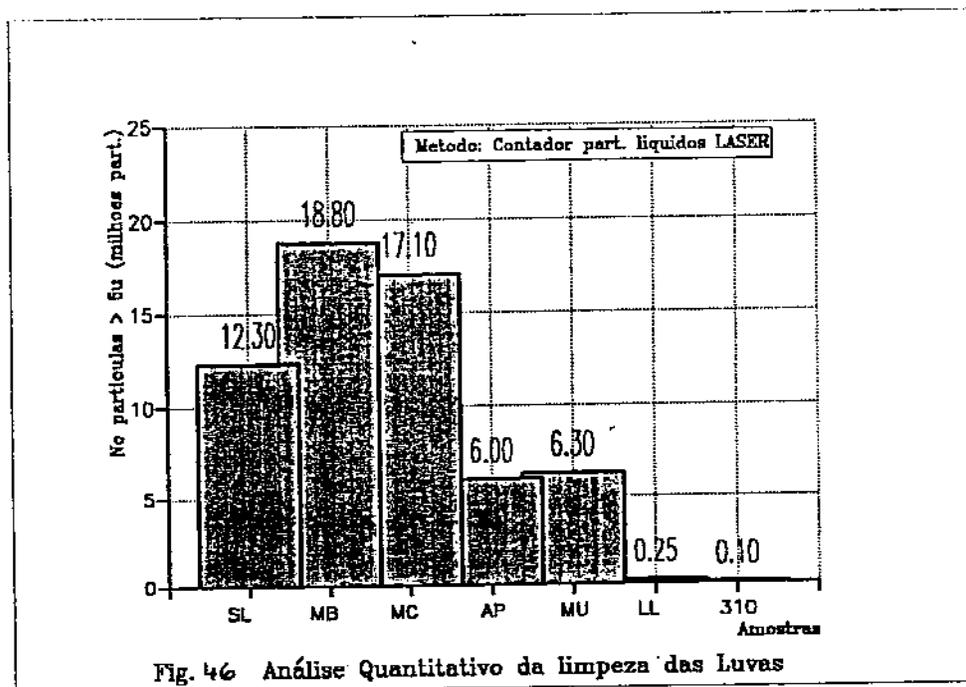
Os três tipos de luvas de látex apresentam uma transferência bastante marcada quando comparadas com os dois tipos de luvas de PVC, sendo que o tamanho das partículas desprendidas pelo látex apresenta-se várias vezes maior que as partículas de PVC.

Na análise estrutural, as luvas SL mostram superfícies com grandes quantidades de partículas livres, sendo estas de tamanhos aproximadamente de 5 a 30 micra, como é mostrado na Fig. 40.

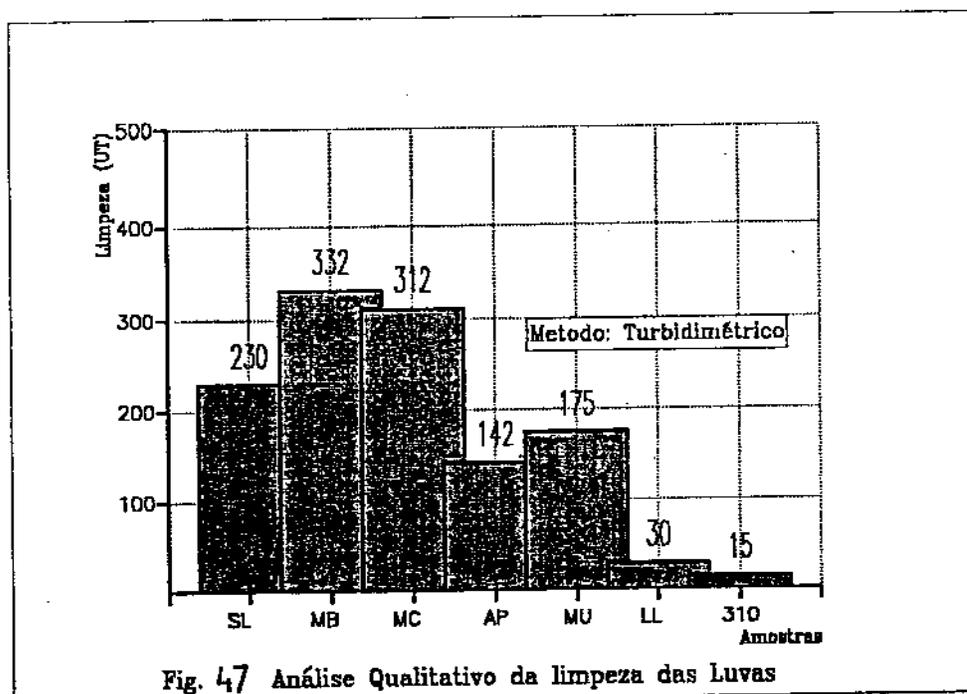
As outras luvas nacionais, MB e MC apresentaram o mesmo tipo de partículas livres e em quantidades similares ( Fig. 41 ). Comparativamente, as luvas de látex AP não mostram grande quantidade de partículas livres, sendo estas de menor tamanho ( ao redor de 3 a 4 micra ). Também, a superfície destas luvas mostra uma falta de uma estrutura coesa, fato não observado nas luvas nacionais do mesmo tipo.

As amostras de PVC apresentaram superfícies coesas e uma total ausência de partículas quando examinadas a 1000 x, como pode ser observado na Fig. 40 , não dando lugar à transferência de partículas.

No que se refere ao grau de limpeza que as luvas apresentaram, pode-se dizer que os três tipos de luvas de látex nacionais apresentaram um alto grau de partículas, entre 12,3 e 18,8 milhões de partículas maiores que 5.0 micra por luva. Este valor pode ser considerado alto quando comparado com as luvas americanas do mesmo material, que tem apenas 50 % das partículas encontradas nas luvas nacionais, como pode ser observado na Fig. 46 . As luvas de PVC mostram valores desprezíveis quando comparadas com as de latex.



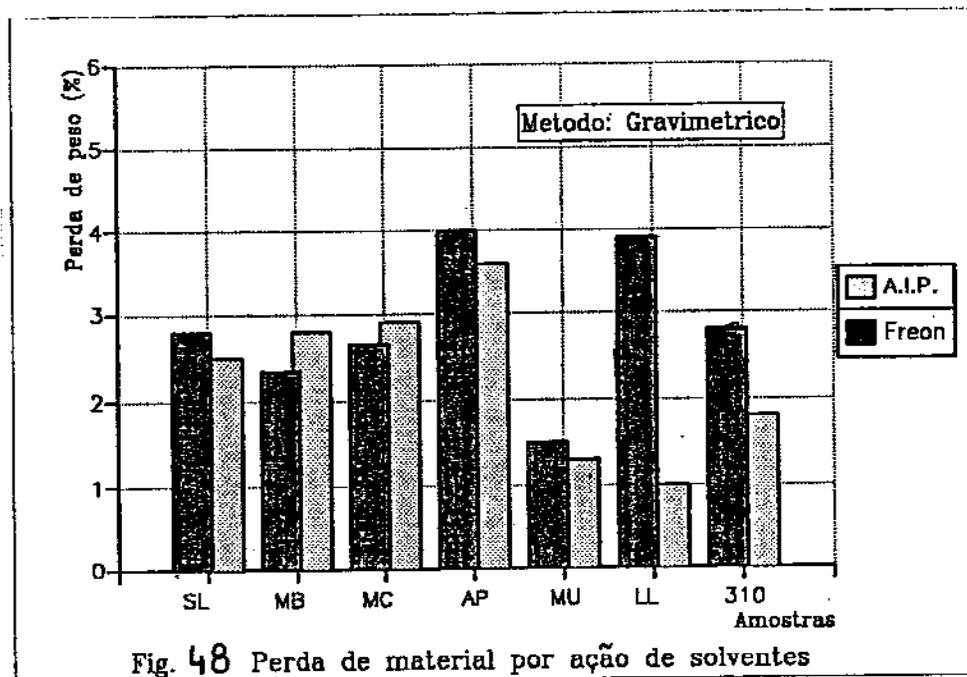
O método Turbidimétrico, utilizado na análise qualitativa do grau de limpeza das amostras, mostra resultados comparáveis com o teste quantitativo: as três amostras nacionais apresentam resultados de turbidez que correspondem até em 100 % os valores medidos nas luvas americanas. Da mesma forma, as amostras de PVC apresentam valores muito menores, da ordem de até 22 vezes menos que as luvas de látex.



Na análise de partículas metálicas nas superfícies das luvas, feito pelos sistemas ópticos e eletrônicos, foram encontradas partículas de talco (Mg-Si) e partículas de talco associadas a enxofre e zinco nas amostras nacionais, sendo que nas americanas não foi observado nenhum tipo de partículas metálicas.

As partículas de talco encontradas nas amostras nacionais podem ser associadas ao processo final de produção das luvas, uma vez que normalmente é colocado talco na sua parte interior para colocá-las com facilidade. Da mesma forma, no caso de luvas de uso cirúrgico, é colocado amido de milho ou arroz permitindo uma absorção por parte do organismo sem rejeição, devido a sua composição orgânica.

A perda de material pelo uso de solventes mostrou-se ao redor de 3.0 % para as luvas SL, MB e MC, de origem brasileira, para o Freon e o álcool, sendo que as americanas AP mostram uma maior perda (4.0 %), como pode ser visto na Fig. 48. As americanas MU (látex) apresentaram a menor perda de material pela ação do Freon, sendo também sua perda por ação do A.I.P. comparável às de PVC.



## CONCLUSÕES

As luvas, como foi anteriormente comentado, são não só necessárias, como fundamentais na operação de qualquer processo de ambiente controlado, e por isso torna-se necessário saber qual a contaminação que estas vão produzir, pois passam a ser estas que entram em contacto direto com o produto.

O método desenvolvido para verificar ópticamente o material transferido para as superfícies de pastilhas de silício pelo contacto direto apresentou resultados que podem ser interpretados tanto subjetivamente como objetivamente, uma vez que as impressões digitais nelas podem ser avaliadas visualmente ou através da contagem por unidade de área, utilizando as fotografias.

Este método, embora de uma aplicação simples, mostra-se caro dados os altos preços das pastilhas de silício em estado virgem, sendo de difícil re-aproveitamento posterior ao ensaio pela dificuldade técnica de uma limpeza total para seu uso posterior.

A análise estrutural das superfícies das luvas, feito ao microscópio eletrônico, é de grande utilidade uma vez que confirma os resultados obtidos com as impressões digitais nas pastilhas de silício. Através da microscopia eletrônica pode ser visto com detalhe as superfícies que entrarão em contacto com o produto. Estas informações podem ser obtidas em um tempo relativamente curto e a baixo custo, se dispormos do equipamento.

A quantificação do número de partículas livres nas superfícies das luvas através da contagem via raios laser em meios úmidos mostra excelentes resultados. Por outra parte, este método mostra ser complicado no que se refere à operação do contador de partículas e a preparação da amostra, sendo possível obter uma grande diferença nos resultados, para as mesmas amostras, ao se utilizar diferentes cuidados no manuseio do líquido, pois o aparelho se mostra sensível à formação de borbulhas, interpretando-as como partículas e alterando deste modo o resultado final da contagem.

No entanto, mantendo-se os cuidados de manuseio especificados pelo fabricante, este aparelho mostra uma repetibilidade aceitável, isto é, obtendo-se diferenças de até 3.0 % na contagem da mesma amostra.

Este equipamento, por ser de operação complicada e demorada, não permite uma avaliação rápida de resultados, razão por que foi desenvolvida outra técnica de análise: Turbidimetria. Os turbidímetros são aparelhos de uso comum na indústria de bebidas, onde são utilizados para uma avaliação rápida do grau de turbidez dos seus produtos, durante o processo de fabricação.

O método normalmente usado por este tipo de indústria está baseado na observação direta de amostras líquidas, isto é, na coleta de amostras e comparação com padrões desenvolvidos para este efeito. Este método, no entanto, não se mostra aplicável, pelo menos diretamente, a casos onde é necessário ter uma visão da quantidade de partículas em peças sólidas, como no caso estudado.

Assim, para desenvolver um método que se mostrara de fácil aplicação em peças sólidas, foi necessário alterar este através da lavagem da peça e posterior filtragem do líquido. O filtro, desta maneira, contendo todas as partículas retiradas, era dissolvido e a solução analisada no Turbidímetro. Descontando os valores próprios do líquido virgem e do filtro, podem ser obtidos os dados de turbidez qualitativos, que embora não apresentem valores diretos, são suficientemente confiáveis para ter uma visão objetiva do estado de limpeza da peça em análise.

Este método pode ser aplicável à qualificação do grau de limpeza em luvas como para qualquer peça, inclusive para formas complexas, por ser possível a penetração do líquido em canais e cantos inacessíveis diretamente.

Se comparamos estes dois métodos no que se refere ao custo de aquisição, podemos dizer que o método de análise por contagem de partículas usando raio laser é aproximadamente 15 vezes mais caro que o método de turbidimetria. Um contador Climet de partículas em líquidos, custa aproximadamente US \$ 30,000.00, sendo que o turbidímetro já é de fabricação nacional, por um preço de US \$ 2,000.00. A isto deve ser agregado as dificuldades de operação do sistema laser, calibração, manutenção, etc.

Na extração de partículas orgânicas, para quantificar os resíduos que poderiam reagir quimicamente com as superfícies dos materiais, o método utilizado, cromatografia de íons, mostra-se muito apropriado, podendo ser obtidos resultados confiáveis e de fácil interpretação.

A microscopia óptica, para identificação de partículas contidas nas superfícies das luvas, apresenta excelentes resultados porém mostra ser uma técnica de difícil domínio, sendo necessário que estas análises sejam feitas por pessoal altamente treinado e experiente. De outra maneira, as partículas podem ser facilmente confundidas, podendo se chegar a conclusões erradas.

A análise de perda de material por uso de solventes, em que foi utilizada a técnica de ataque das superfícies pela ação dos solventes, com posterior comparação do peso inicial e final, mostrou-se de manuseio fácil e de interpretação de resultados simples, porém é trabalhosa e demorada.

#### 4.5. A CONTAMINAÇÃO GERADA POR TECIDOS LIMPADORES

---

Os panos de limpeza são artigos de consumo habitual para todo processo em ambientes controlados. Na medicina, por exemplo, são utilizados para formar campos de acepsia, livres de germes, onde o cirurgião pode colocar o instrumental necessário para efetuar a operação, ou para limitar a área de acesso à incisão no corpo do paciente.

Na indústria micro-eletrônica, por outro lado, são utilizados na limpeza de peças, superfícies de discos ou pastilhas de silício, superfícies de trabalho e da sala limpa em geral.

Existe, no entanto, uma diferença fundamental entre os panos utilizados na área da medicina e os utilizados nos processos de ambiente controlado industrial: os utilizados na medicina podem conter alguns tipos de partículas orgânicas, entre elas as partículas de amido, como as luvas, que serão absorvidas pelo paciente sem ser rejeitadas, ou bem bactérias mortas. Este tipo de contaminante é inaceitável nos processos industriais, uma vez que elas influenciarão o processo pelo tamanho, e não por suas condições de aceitação pelo corpo humano, ou pela inatividade das bactérias e outros gérmenes.

As condições que os panos devem reunir, e que podem ser consideradas fundamentais devem-se referir à limpeza, capacidade para gerar contaminantes, absorção de líquidos, o grau de extração de resíduos por ação de solventes e a avaliação de materiais iônicos do material usado.

Assim, baseados nestas condições propostas, foram desenhados seis experiências para determinar a possibilidade de utilização no processo de montagem de sistemas de leitura e gravação de discos de computadores:

- \* Grau de limpeza
- \* Geração de partículas sob stress
- \* Geração de partículas por passagem de ar
- \* Absorção de líquidos
- \* Extração de resíduos pela ação de solventes
- \* Determinação de compostos iônicos

Para estas experiências foram escolhidos 12 diferentes tipos de amostras, sendo 9 delas brasileiras, 2 alemãs e uma americana.

As amostras, de acordo com o tipo de material examinado, podem ser classificadas em:

- \* Nylon comuns
- \* Nylon elástico
- \* Poliéster
- \* Espuma poliuretana
- \* Papel

Estes tipos de materiais foram escolhidos de acordo com a disponibilidade no mercado nacional de materiais com características físicas similares as usadas nos E.U.A. em processos eletrônicos. Todas as amostras nacionais foram lavadas e embaladas em ambiente limpo, Classe 100.

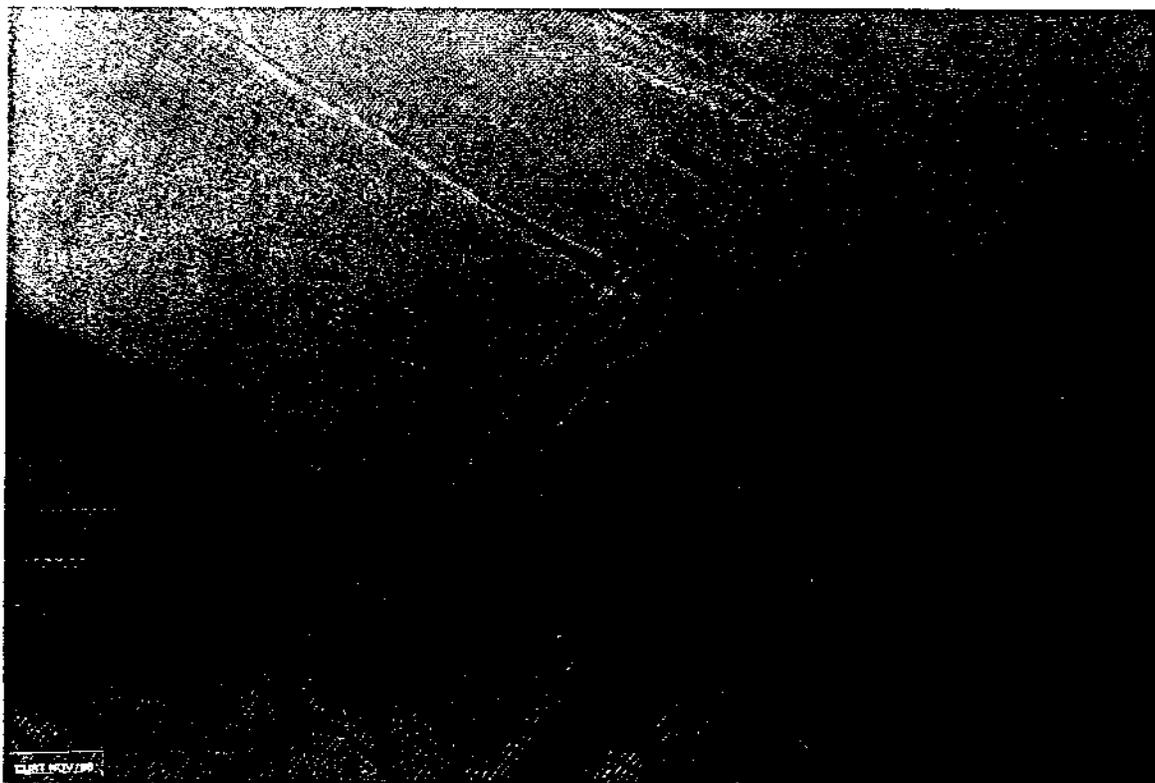


Fig. 49 - Amostras de materiais limpadores examinados.

Exp. 18 Gráu de limpeza

Método: foram confeccionadas amostras com superfície de 100 cm quadrados, as quais se colocaram em beakers de vidro com água deionizada e filtrada a 0.2 mícron. Posteriormente o beaker contendo a amostra foi submetido durante 2 minutos a ultrasom ( 20 Khz ) para eliminação de partículas retidas. Logo a amostra era retirada, drenada 1 minuto sendo logo filtrado o líquido remanescente em filtros quadriculados de porosidade de 0.45 mícron para posterior contagem no microscópio óptico, sob fluxo laminar vertical classe 100. Os resultados correspondem à média de três medições.

Resultados:

Amostra	Material	Procedência	Part. > 5.0 u/cm <sup>2</sup>
A	Nylon elastic.	Brasil	127
B	Poliéster	Brasil	43
C	Nylon Branco	Brasil	58
D	Nylon Marrom	Brasil	65
E	Nylon	Alemanha	27
F	Nylon	Brasil	69
G	Espuma	Alemanha	88
H	Espuma	Brasil	266
I	Espuma	Brasil	128
J	Espuma	E.U.A.	8
K	Papel orig.	Brasil	238
L	Papel lavado	Brasil	211

Exp. 19 Geração de partículas por tensão/compressão.

Método: foram utilizadas amostras de 100 cm quadrados de área, sendo tencionadas a razão de 1 Hz (compressão e tensão) manualmente, a uma distância de 100 mm do coletor de um contador de partículas Climet 6300, por raio Laser, com leituras em 10 segundos (aprox. 5.0 litros de ar), sob fluxo laminar vertical classe 100. Os resultados correspondem à média de três medições.

Resultados

Amostra	Material	Procedência	> 5.0 u	3-5 u	1-3u	< 1 u
A	Nylon Elast.	Brasil	304	456	765	1231
B	Poliéster	Brasil	44	124	232	343
C	Nylon Branco	Brasil	120	234	337	432
D	Nylon Marrom	Brasil	120	99	231	444
E	Nylon	Alemanha	09	27	66	121
F	Nylon	Brasil	35	56	77	112
G	Espuma	Alemanha	28	44	52	89
H	Espuma	Brasil	46	71	132	189
I	Espuma	Brasil	18	58	156	267
J	Espuma	E.U.A.	03	08	18	32
K	Papel orig.	Brasil	79	167	257	454
L	Papel lavado	Brasil	39	87	115	168

Exp. 20 GERAÇÃO DE PARTÍCULAS POR PASSAGEM DE AR

---

Método: Amostras similares as descritas anteriormente foram ensaiadas deixando passar 14 litros de ar através de seus tecidos, com uma pressão de aspiração de 180 mm de Hg durante 1 minuto. O ar, contendo partículas arrancadas do tecido pela ação da pressão, passava pelo sistema de contagem de um contador eletrônico de partículas Met One, desta maneira quantificando-as.

O contador de partículas Met One possui um sistema de contagem de partículas baseado na dispersão de luz provida por uma lâmpada halogênia de quartzo. Os detalhes podem ser vistos no apêndice deste trabalho.

Os resultados correspondem à média de três medições, e estão expressas em partículas por cm quadrado.

Resultados

Amostra	Material	Procedência	Part/cm <sup>2</sup> > 5.0 u	Part/cm <sup>2</sup> < 1.0 u
A	Nylon Elast.	Brasil	45	23.969
B	Poliéster	Brasil	21	16.186
C	Nylon Branco	Brasil	27	18.533
D	Nylon Marrom	Brasil	31	19.456
E	Nylon	Alemanha	18	12.521
F	Nylon	Brasil	28	18.753

Exp. 21 ABSORÇÃO DE LÍQUIDOS

Método: Amostras de 100 cm quadrados foram colocadas por 10 min. em mufla a 50 graus centígrados para eliminar a umidade. Posteriormente foram pesadas utilizando balança analítica de sensibilidade de 1.0 mg. A seguir, foram colocadas em beakers de vidro contendo 50 ml de água deionizada, permitindo absorção durante 5 minutos. Logo após, foram drenadas durante 1 minuto e re-pesadas, sendo os valores obtidos normalizados para metros quadrados.

Resultados

Amostra	Material	Procedência	Absorção ml/m <sup>2</sup>
A	Nylon elastic.	Brasil	445
B	Poliéster	Brasil	360
C	Nylon Branco	Brasil	307
D	Nylon Marrom	Brasil	92
E	Nylon	Alemanha	333
F	Nylon	Brasil	381
G	Espuma	Alemanha	1.180
H	Espuma	Brasil	1.250
I	Espuma	Brasil	1.250
J	Espuma	E.U.A.	1.530
K	Papel orig.	Brasil	230
L	Papel lavado	Brasil	210

Exp. 22 EXTRAÇÃO DE RESÍDUOS POR AÇÃO DE SOLVENTES

Método: Amostras de 10 cm quadrados de superfície foram colocadas em beakers de vidro previamente pesados em balança analítica de sensibilidade de 0.1 mg. Posteriormente em cada beaker foi agregado 8 ml de solvente Freon, álcool isopropílico (AIP) e água deionizada (ADI) separadamente e deixado repousar por 30 minutos, após os quais foi retirada a amostra. A seguir, o beaker contendo a solução foi colocado sob uma lâmpada infra-vermelha durante 6 horas para evaporar completamente o solvente, sendo logo repesoado para quantificação do material sólido extraído.

Resultados

Amostra	Material	Procedência	FREON mg/cm <sup>2</sup>	A.I.P. mg/cm <sup>2</sup>	A.D.I. mg/cm <sup>2</sup>
A	Nylon elast.	Brasil	0.101	0.142	0.100
B	Poliéster	Brasil	0.024	0.025	0.046
C	Nylon Branco	Brasil	0.038	0.031	0.097
D	Nylon Marão	Brasil	0.035	0.128	0.047
E	Nylon	Alemanha	0.033	0.135	0.025
F	Nylon	Brasil	0.037	0.142	0.030
G	Espuma	Alemanha	0.075	0.096	0.086
H	Espuma	Brasil	0.092	0.100	0.020
I	Espuma	Brasil	0.092	0.100	0.020
J	Espuma	E.U.A.	0.068	0.092	0.020
K	Papel orig.	Brasil	0.312	0.040	0.029
L	Papel lavado	Brasil	0.214	0.021	0.018

## Exp.23.- DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS IÔNICOS

---

Método: foi utilizado o mesmo método já descrito nos ensaios correspondentes as vestimentas dos operadores. As amostras confeccionadas tinham 100 cm quadrados (10x10 cm). O ensaio também foi feito no cromatógrafo de ions Dionex. Os resultados estão padronizados à dimensões de 30x30 cm. de 30x30 cm.

Nesta experiência só foram feitas medidas sobre as amostras A,B,C,D e F.

### Resultados:

Amostra	material	origem	F mg	Cl mg	PO <sub>4</sub> mg	NO <sub>3</sub> mg	SO <sub>4</sub> mg
A	Nylon elast.	Brasil	0.01	0.14	0.06	0.04	0.24
B	Poliéster	Brasil	0.02	0.18	0.03	0.05	0.10
C	Nylon Branco	Brasil	0.02	0.12	0.08	0.07	0.30
D	Nylon Marrom	Brasil	0.01	0.09	0.10	0.09	0.22
E	Nylon	Alemanha	0.01	0.01	0.02	0.04	0.21
F	Nylon	Brasil	0.05	0.03	0.03	0.04	0.33

## Análise dos resultados

-----

O grau de limpeza, no caso dos tecidos, mostra-se dependente do material dos mesmos, como pode ser visto na Fig. . As amostras de Nylon elástico mostram uma geração de contaminantes maiores que 5.0 micra bastante mais elevada que os outros materiais, cerca de 200 % a mais, no caso do Poliéster e Nylon de cor branca. branca.

Ao comparar os tecidos de pano nacional com os tecidos alemães, pode ser concluído que as amostras importadas geram até 500 % menos partículas que as nacionais, como no caso das de Nylon elásticas brasileira. Por outro lado, as amostras nacionais de Nylon e Poliéster comuns se mostram relativamente limpas quando comparadas com o Nylon elástico, porem quase 100 % mais geradoras de partículas que o Nylon alemã.

No teste de geração de partículas por tensão-compressão através de aplicações de forças manuais na frente do sensor de um contador de partículas à raios laser, também as amostras de nylon elástico superam amplamente a geração de partículas relativamente aos outros materiais.

Analisando a estrutura dos materiais sob o microscópio eletrônico, podemos observar que o nylon elástico apresenta uma estrutura de fibras entrelaçadas, o que faz que as partículas no seu interior sejam de difícil remoção, sendo isto confirmado pelos resultados obtidos nos testes de geração de partículas. O Poliéster, apresentando o mesmo tipo de fibras, não mostra sua estrutura entrelaçada, podendo ser retiradas as partículas com maior facilidade. Os três tipos de Nylon comuns, de fibras tecidas em quadriculados, apresentam pequenas diferenças derivadas do tamanho da rede tecida e da coesão entre as redes, uma vez que o Nylon Marrom nacional mostra espaços de aproximadamente 50 micra entre os quadriculados.

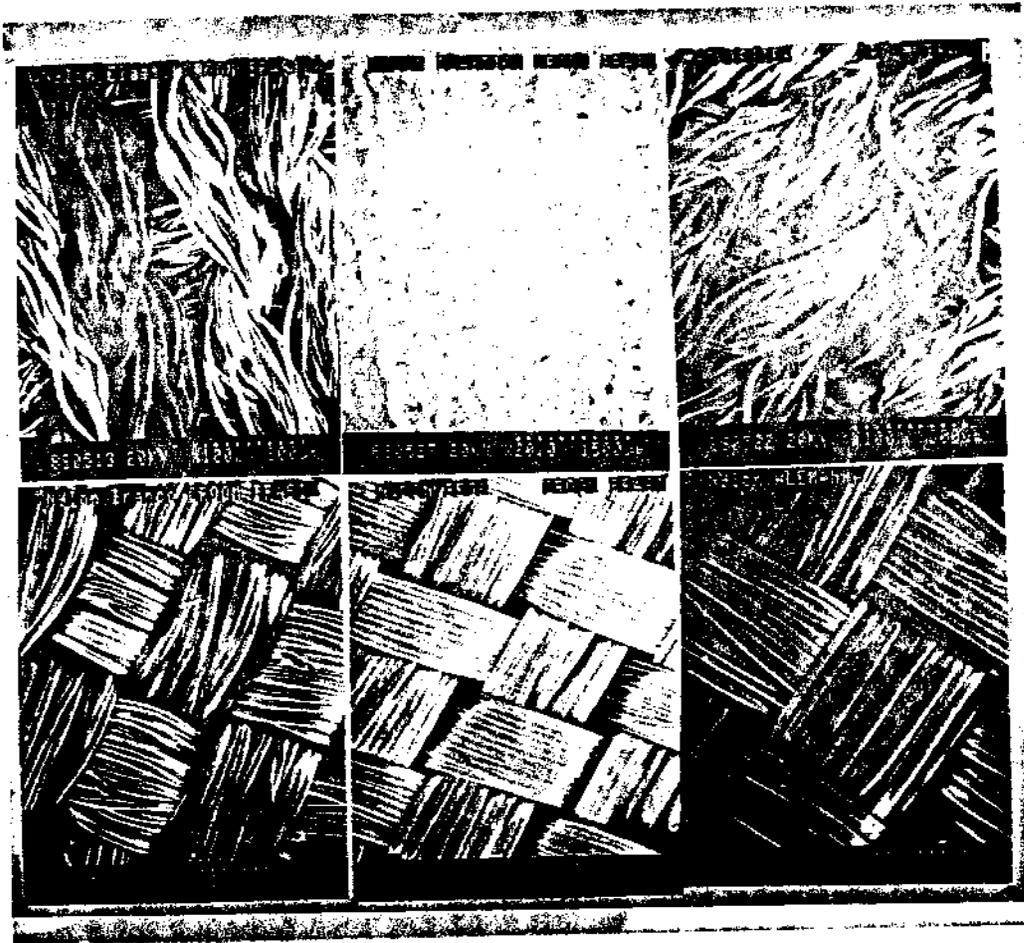


Fig. 50 - Estruturas dos tecidos dos panos de limpeza  
(Análise em microscopia eletrônica de varredura, 100 x)

De uma maneira geral, pode-se dizer que a facilidade para extrair as partículas num processo de limpeza dependerá da estrutura do pano, sendo que nos panos elásticos esta limpeza será efetiva se a limpeza é feita durante a aplicação de tensão, uma vez que em estado normal dificultaria sua eliminação.

Assim também, o Nylon, ao apresentar estrutura tecida em quadriculados, dificulta a eliminação das partículas através de uma limpeza posterior a sua fabricação, sendo recomendável controlar a contaminação durante o processo de tecido.

As espumas brasileiras experimentadas apresentam uma contaminação até 33 vezes maior que as espumas americanas para partículas maiores de 5.0 micra, no teste de ultrassom, e até 3 vezes maior que os valores obtidos com espumas alemãs. Pode-se ver uma correspondência similar no teste de tensão-compressão, onde as espumas brasileiras geram até 15 vezes o valor gerado pela espuma americana

Na passagem de ar, os valores obtidos nos panos confirmam novamente os valores obtidos nos testes anteriores, mostrando as mesmas tendências de grau de limpeza, para todos os tamanhos de partículas. Não foi possível, por outro lado, confirmar estes valores nas espumas e nos papéis, uma vez que a pressão de sucção da bomba do contador óptico-eletrônico não era o suficiente para manter a pressão de ensaio devido as aberturas da estrutura na espuma e no papel.

Os papéis ensaiados, no teste de aplicação de ultrassom, mostram uma alta geração de partículas maiores que 5.0 micra, sendo que o papel previamente lavado gera 10 % a menos de partículas que o original. Na geração de partículas por tensão-compressão, também este gera uma quantidade menor que o original, cerca de 50 % a menos.

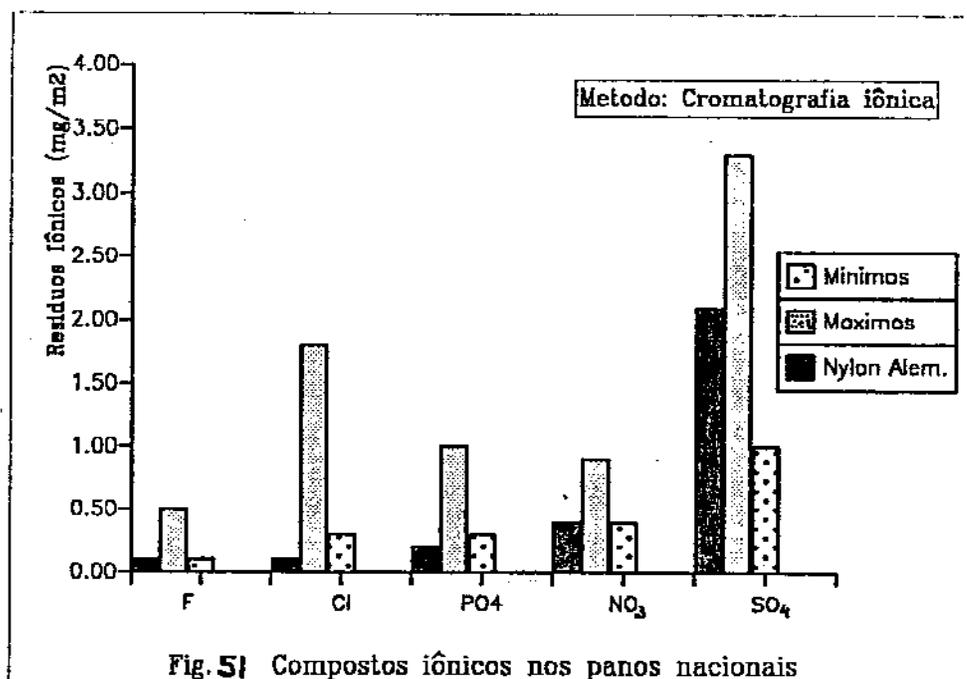
No teste de absorção de líquidos, as espumas absorvem até 16 vezes mais que os panos (nylon marrom vs espuma americana) e até 7 vezes mais que o papel brasileiro.

Observando o resultado dos panos, o Nylon elástico brasileiro mostra a maior absorção ( 445 ml/m<sup>2</sup> ) e o Nylon marrom a menor ( 92 ml/m<sup>2</sup> ). Nas espumas, os valores entre as amostras podem ser considerados similares, com uma diferença máxima de 30 % entre elas. Os papéis, comparados com os panos, mostram uma absorção ao redor de 50 %, embora se apresentem mais absorventes que o Nylon marrom.

Na extração de resíduos pela ação de solventes, os resultados são dependentes da quantidade de partículas que as amostras apresentam. Assim, só é possível comparar os resultados de uma mesma amostra. Em geral, o Freon só se mostra efetivo na extração de resíduos sólidos no papel, onde retira entre 8 a 10 vezes mais resíduos sólidos que o álcool iso-propílico e a água deionizada.

O álcool iso-propílico, por outro lado, se mostra mais efetivo em retirar resíduos sólidos na maioria dos panos e na totalidade das espumas, que o Freon e o álcool iso-propílico.

Analisando os compostos iônicos retirados dos panos, podemos observar que a maior incidência entre as amostras nacionais se refere à cloro, entre 0.3 a 1.8 mg por metro quadrado, valores que podem ser considerados altos se comparados a 0.1 mg por metro quadrado que apresenta o nylon alemão. Os outros compostos analisados não apresentam diferenças marcantes, com exceção do PO<sub>4</sub>, presente cinco vezes mais na amostra do nylon marrom que no nylon alemão.



( Comparação entre os resíduos iônicos mínimos e máximos encontrados nos panos nacionais e os valores dos panos alemães . )

## Conclusões

O ensaio de geração de partículas pela aplicação de ultrassom mostrou-se muito efetivo para os tres tipos de materiais. A aplicação de uma frequência de 20 KHz durante 2 minutos foi suficiente para r tirar até 90 % das partículas contidas no interior das amostras, como comprovado ao repetir o teste numa amostra que já tinha sido ensaiada. (Amostra de Nylon Branco, após a primeira aplicação de ultrassom apresentou 58 partículas, após a segunda aplicação só foram retiradas 6 partículas maiores de 5.0 micra)

Este ensaio mostra-se particularmente importante no caso das espumas, uma vez que estas contem partículas nos muitos labirintos formados pela sua estrutura, e também, dada a impossibilidade de efetuar testes complementares, como passagem de ar pela sua estrutura devido à excessiva perda de pressão.

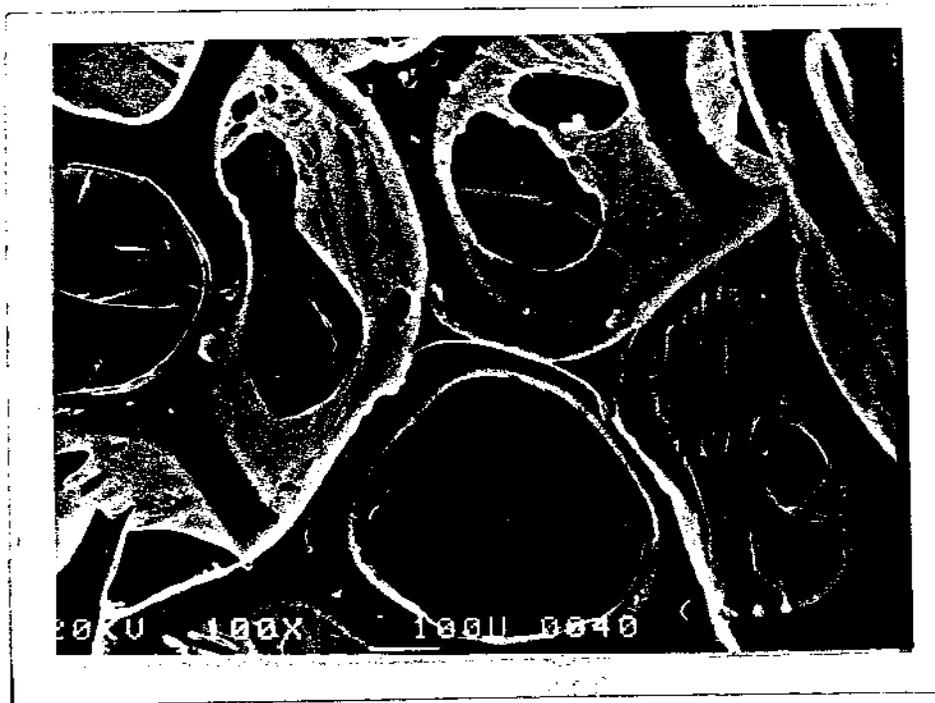


Fig. 52- Partículas no interior da estrutura de uma espuma  
( Exame de microscopia eletrônica de varredura )

A geração de partículas por tensão e compressão do material, embora tenha apresentado resultados compatíveis e na mesma tendência que o ultrassom, apresenta resultados mais reais que este, uma vez que nos panos, durante o processo, não será aplicado ultrassom e sim tensões e compressões manuais, durante o uso normal, gerando desta maneira menor quantidade de partículas. Este método mostra-se particularmente efetivo no ensaio de tecidos de panos de materiais elásticos ou espumas, que também apresentam elasticidade.

Também, o método utilizado na quantificação de partículas extraída pelo fluxo de ar através dos seus tecidos mostrou-se plenamente eficaz para os panos, podendo ser obtido valores para diversos tamanhos de partículas, entre 0.3 a 5 micra, apresentando este método resultados mais abrangentes no que se refere ao tamanho das partículas e também à confiabilidade dos resultados, uma vez que o sistema de contagem é eletrônico, evitando assim os possíveis erros subjetivos de um método de contagem óptico.

Este método, por outra parte, não mostrou-se efetivo na quantificação de partículas localizadas em estruturas mais abertas, como no caso das espumas e papéis examinados, devido à impossibilidade de produzir o vácuo estipulado e desta forma a força necessária para arrancar as partículas da estrutura e colocar elas no fluxo em direção ao sensor de luz e contador eletrônico.

Um método alternativo para utilizar este tipo de contagem eletrônica poderia estar determinado por um sistema de sobre-pressão induzida na estrutura da espuma ou papel ao invés da utilização do vácuo produzido pela bomba do contador, com as correspondentes regulações no fluxo medido.

O método para quantificar e comparar a absorção de líquidos nos diferentes materiais, embora simples, mostra-se plenamente efetivo e de fácil interpretação de resultados. Da mesma forma, a extração de resíduos por ação de solventes apresentou resultados satisfatórios ao ser aplicado este método.

Os resultados apresentados pelo método de cromatografia iônica utilizado na determinação de compostos iônicos contidos nos panos se mostram plenamente satisfatórios, podendo ser utilizados na modificação do método de lavagem dos mesmos, através da alteração dos compostos utilizados no processo.

Cabe comentar que, de acordo com os tipos de solventes que serão usados no processo de fabricação ou os tipos de produtos químicos que serão utilizados na limpeza das peças e da " sala limpa " em geral, deverá ser escolhido o tipo de material dos tecidos.

Os processos necessários para sua fabricação também irão a depender da sua utilização, isto é, de acordo com a sua utilização estes tecidos deverão apresentar não só uma ausência de partículas entre suas fibras, como uma absorção eficiente dos fluidos, assim como uma baixa extração de resíduos pela ação destes.

Por outro lado, como a fabricação destes produtos em princípio não é suposta a ser em grande escala, os custos de fabricação se mostrarão altos, mesmo quando sejam re-ciclados e lavados em processos de ambientes controlados.

#### 4.6. A CONTAMINAÇÃO GERADA POR COTONETES DE LIMPEZA

Os cotonetes de limpeza são usados nos processos limpos para diversas aplicações, na maioria dos casos para limpar superfícies onde os panos de limpeza regulares são demasiado grandes ou onde este pano geraria mais contaminação que um pequeno cotonete. Estes geralmente são usados para limpar protótipos e produtos montados manualmente, sendo substituídos por sistemas de gases inertes a alta pressão quando o processo é automatizado. Suas aplicações mais típicas nos processos de alta tecnologia, nas áreas mecânica e eletrônica, está na limpeza de superfícies de discos rígidos de armazenamento de dados, cabeças de leitura e gravação, superfícies de pastilhas de silício durante o processo de fabricação de circuitos integrados, limpeza de excessos de adesivos após montagem de peças e limpeza de furos roscados de peças mecânicas após usinagem e lavagem.

A verificação do grau de limpeza do cotonete se mostra fundamental uma vez que não poderia agregar partículas contaminantes quando usado. A capacidade de absorção de líquidos deve ser alta, pois será usado com solventes, embora estes solventes não devam extrair resíduos sólidos em demasia. Por último, a quantificação dos materiais iônicos se faz necessária para determinar qual o grau de compostos aniônicos que poderiam reagir com os materiais bases formando compostos químicos capazes de danificar as superfícies no qual se está usando o cotonete.

Para os ensaios determinados foram utilizadas 2 tipos de espuma poli-uretana de baixa densidade, de fabricação nacional, previamente lavadas com sabões neutros em ambiente classe 100.

Para obter resultados comparativos, 3 tipos de cotonetes de fabricação americana foram testados nas mesmas condições. Os cotonetes nacionais foram confeccionadas manualmente a partir da espuma poli-uretana, sendo esta cortada em quadrados de 2x2 cm e amarradas a um haste de vidro por um fio de nylon.

Os cotonetes de origem americana foram desmontados da sua haste manualmente e sua espuma utilizada para o ensaio.

EXP. 24 GRÁU DE LIMPEZA

---

Método: foram confeccionadas amostras com a espuma nacional, de 12 cm quadrados, as quais se colocaram em beakers de vidro contendo água deionizada filtrada a 0.2 micron. em seguida o beaker contendo a amostra foi submetido por 2 minutos, a ultrassom ( 20 Khz ) para eliminação de partículas. A seguir a amostra era retirada, drenada por 1 minuto sendo logo filtrado o líquido remanescente em filtros quadriculados de porosidade de 0.45 micron para posterior contagem no microscópio óptico, sob fluxo laminar vertical classe 100.

Os resultados apresentados são a média de três medições normalizadas ao numero de partículas maiores que 5.0 micra por cm quadrado.

Resultados

Amostra	Material	Procedência	Part. > 5.0 u/cm <sup>2</sup>
A	Espuma	Brasil	423
B	Espuma	Brasil	356
C	Espuma	E.U.A.	32
D	Espuma	E.U.A.	8
E	Espuma	E.U.A.	12

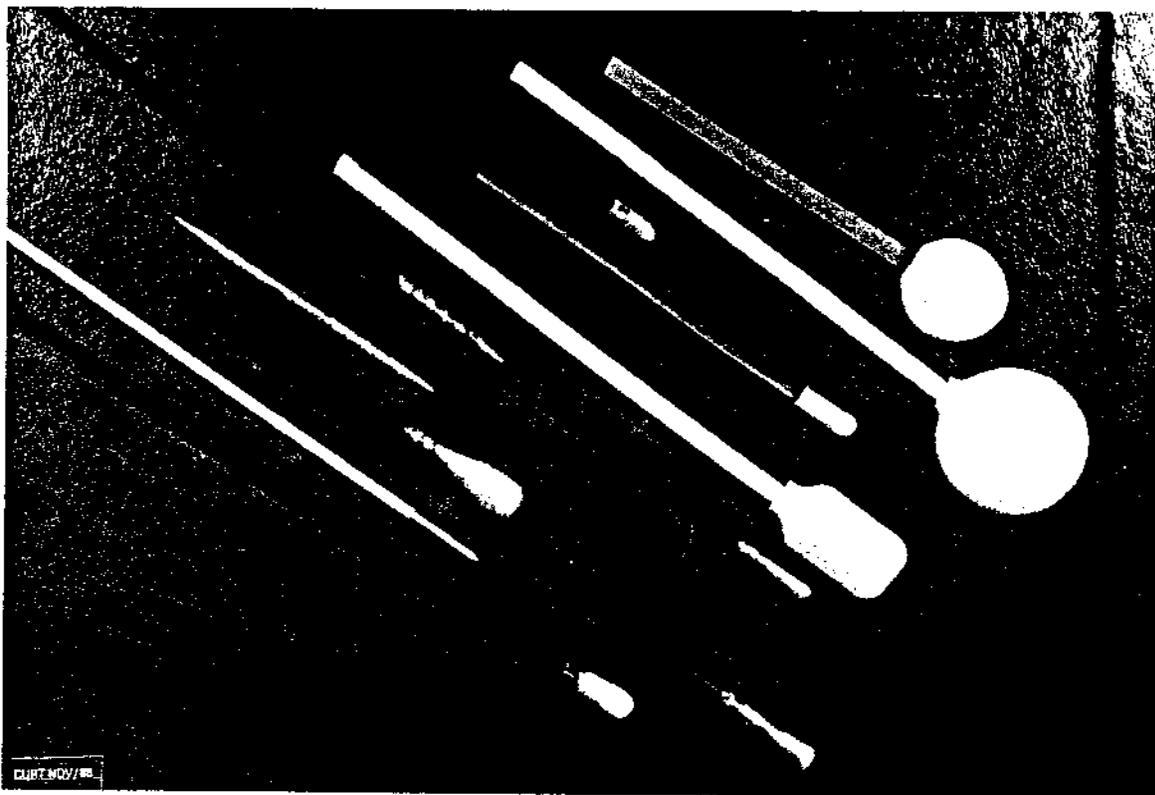


Fig. 53.- Diferentes cotonetes utilizados nos processos "limpos".

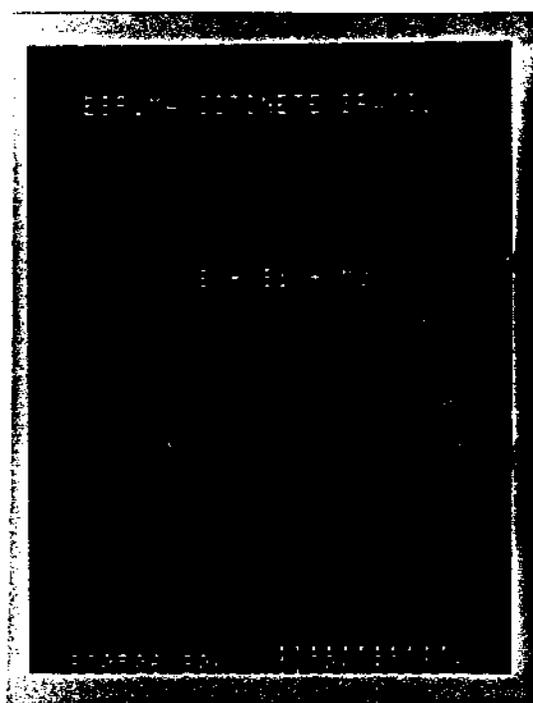


Fig. 54.- Partícula de S-Si-Mg (65 micra) encontrada em espumas nacionais destinadas à fabricação de cotonetes.

## EXP. 25 ABSORÇÃO DE LÍQUIDOS

---

Método: Amostras de 12 cm quadrados foram colocadas por 30 min. em mufla a 60 graus centígrados para eliminar a umidade. Posteriormente foram pesadas utilizando balança analítica de sensibilidade de 0.1 mg. A seguir, foram colocadas em beakers de vidro contendo 50 ml de água deionizada, permitindo absorção durante 5 minutos. Logo após, foram drenadas durante 1 minuto e re-pesadas, sendo os valores obtidos padronizados para metros quadrados.

### Resultados

Amostra	Material	Procedência	Absorção ml/m <sup>2</sup>
A	Espuma	Brasil	1.120
B	Espuma	Brasil	1.240
C	Espuma	E.U.A.	1.210
D	Espuma	E.U.A.	820
E	Espuma	E.U.A.	930

## EXP. 26 EXTRAÇÃO DE RESÍDUOS POR AÇÃO DE SOLVENTES

---

Método: Amostras de 12 cm quadrados de superfície foram colocadas em beakers de vidro previamente pesados em balança analítica de sensibilidade de 0.1 mg. Posteriormente em cada beaker foi agregado 8 ml de solvente ( Freon, álcool isopropílico A.I.P. e água deionizada A.D.I., separadamente) deixando repousar por 30 minutos, após os quais foi retirada a amostra. A seguir, o beaker contendo a solução foi colocado sob uma lâmpada infra-vermelha durante 6 horas para evaporar completamente o solvente, sendo logo re-pesado para quantificação do material sólido extraído.

### Resultados

Amostra	Material	Procedência	FREON mg/cm <sup>2</sup>	A.I.P. mg/cm <sup>2</sup>	A.D.I. mg/cm <sup>2</sup>
A	Espuma	Brasil	0.091	0.102	0.021
B	Espuma	Brasil	0.092	0.100	0.020
C	Espuma	E.U.A.	0.100	0.110	0.018
D	Espuma	E.U.A.	0.071	0.088	0.020
E	Espuma	E.U.A.	0.061	0.045	0.028

EXP.27.- DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS IÔNICOS

---

Método: foi utilizado o mesmo método já descrito nos ensaios correspondientes às vestimentas dos operadores. As amostras confeccionadas tinham 100 cm quadrados (10x10 cm), e o ensaio também foi feito no cromatógrafo de ions Dionex.

Resultados:

Amostra	material	origem	Cl mg/cm <sup>2</sup>	PO <sub>4</sub> mg/cm <sup>2</sup>	NO <sub>3</sub> mg/cm <sup>2</sup>	SO <sub>4</sub> mg/cm <sup>2</sup>
A	Espuma	Brasil	18.0	0.75	0.10	80.0
B	Espuma	Brasil	17.0	0.80	0.20	60.0
C	Espuma	E.U.A.	18.0	0.61	0.12	24.0
D	Espuma	E.U.A.	5.4	0.60	0.18	24.0
E	Espuma	E.U.A.	13.5	0.65	0.18	21.0

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

Na absorção de líquidos as espumas nacionais apresentam resultados similares às americanas, sendo maior em dois casos.

As espumas nacionais A e B mostraram conter entre 44 e 52 vezes a quantidade de partículas encontradas na amostra D, americana, que pode ser considerada a menos contaminada entre as 5 espumas experimentadas.

No teste de extração de resíduos por ação de solventes, as espumas brasileiras examinadas mostraram extrair até 60 % mais resíduos com Freon, 55 % mais com o álcool iso-propílico e valores similares com a água deionizada. A amostra americana C, no entanto, apresenta valores de extração com álcool iso-propílico e Freon superiores às espumas brasileiras.

Na determinação de compostos iônicos presentes, o cloro mostra estar presente em valores similares em todas as amostras, com exceção da amostra americana D, cujos resultados indicam conter só 28 % do cloro contido nas amostras brasileiras. No caso do PO<sub>4</sub>, as amostras americanas apresentam, em média, 75 % do contido nas amostras brasileiras.

Assim também, o NO<sub>3</sub> apresentado pelas espumas brasileiras é similar às americanas, sendo que a amostra A ( Brasil ) é a que tem menor quantidade de NO<sub>3</sub>.

No análise de resultados dos sulfatos, as amostras brasileiras mostram até 4 vezes mais SO<sub>4</sub> que a média das amostras americanas.

## CONCLUSÕES

Na análise preliminar para examinar o grau de limpeza das espumas destinadas à fabricação de cotonetes podemos observar que, embora as espumas nacionais passaram por um processo de lavagem com a utilização de sabões neutros, em ambiente controlado, as partículas geradas pelo teste de ultrassom alcança valores extremamente altos, se comparados com os obtidos pelas espumas americanas.

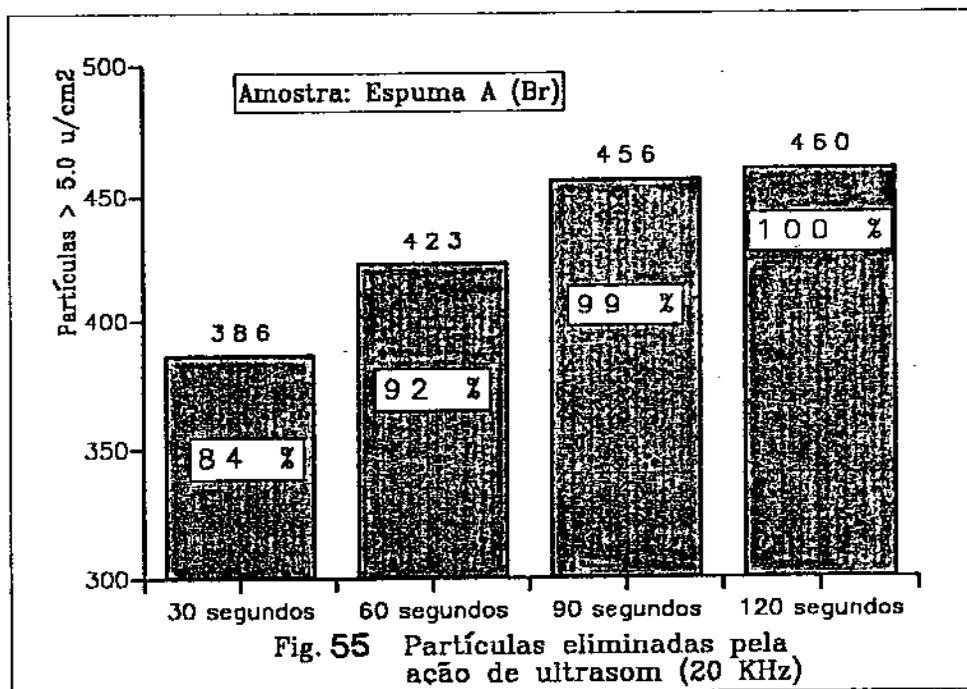
O método utilizado para obter estes resultados, a geração de partículas pela aplicação do ultrassom, mostra ser um método plenamente eficaz, uma vez que as partículas se encontram no interior das células da espuma, sendo necessário removê-las com a aplicação de forças constantes e suficientemente efetivas como o ultrassom.

De outra parte, a contagem óptica realizada é suficiente para visualizar o alto grau de contaminação na faixa de 5.0 micra, não se considerando necessário, para este caso, um melhor detalhamento através de contagem de partículas em líquidos para tamanhos inferiores.

Os valores obtidos na absorção de líquidos se mostram de acordo com a estrutura das espumas, sendo que as espumas de alta densidade absorvem menos líquido como consequência do menor espaçamento inter-celular, isto é, sendo mais compactas deixam menos espaço para ser preenchido pelo líquido.

Esta última observação pode ser considerada importante, uma vez que, de acordo com a estrutura da espuma, esta estaria permitindo uma maior ou menor facilidade de limpeza da espuma: as densidades baixas apresentariam uma maior facilidade para serem retiradas partículas do seu interior devido à maior largura dos canais internos, o que facilitaria o movimento destas para o exterior.

O teste de ultrassom, ao ser repetido nas mesmas amostras, mostra que 92 % das partículas de tamanho maior a 5.0 micra são retiradas no primeiro minuto de aplicação de 20 KHz. Este resultado mostra que o ultrassom poderia ser aplicado como técnica de limpeza das espumas após o processo de fabricação delas, e assim alcançar um grau de limpeza compatível com a sua utilização posterior nos processos limpos. Por outro lado, pode ser considerado importante o estudo da frequência ideal para a aplicação do ultrassom, para retirar as partículas sem danificar a estrutura da espuma, que rompendo-se, poderia gerar mais partículas.



A extração de resíduos por ação de solventes é consequência do tipo de contaminante que a espuma tem, isto é, irá depender do material do contaminante e seu comportamento com o solvente: se a partícula reage, sendo diluída ou alterada na sua composição, será uma fonte potencial de contaminação no produto no qual será usado, uma vez que o cotonete gerará partículas ou compostos que se depositarão posteriormente no local onde é aplicado.

Sendo assim, seria preciso identificar individualmente todos os elementos e componentes presentes na contaminação das espumas para desenvolver um método de lavagem efetivo, através de produtos químicos que não alterassem a composição iônica. Esta identificação também seria necessária para modificar o processo de obtenção da espuma, eliminando estas partículas no produto base.

#### 4.7. AS PARTÍCULAS GERADAS POR PARAFUSADEIRAS ELÉTRICAS

A maioria dos processos de montagem de peças mecânicas precisam de ferramentas de acionamento manual ou elétrico para a montagem do produto final. A escolha de utilização de ferramentas manuais ou elétricas irá depender de uma série de fatores, entre os quais podem ser destacados a complexidade e o tamanho das peças que estão sendo montadas, os materiais e tipo de acabamento e o tipo de processo que está sendo utilizado.

No caso dos processos denominados de processos limpos, a montagem de peças mecânicas pode ser feita por meio destes dois métodos, embora o fator eficiência do processo seja importante na definição do ferramental a ser utilizado. É geralmente escolhida a utilização de ferramentas elétricas para obter relações custo-produção, mais adequadas.

As parafusadeiras elétricas numa sala limpa estão presentes nas estações de trabalho de montagem tanto de partes externas como de partes internas do produto, isto é, tanto de partes que podem ser consideradas críticas ou em relação à contaminação.

Assim, as parafusadeiras elétricas podem ser consideradas como uma fonte potencial de geração de partículas ao produzir partículas devido ao atrito das suas peças internas, eixos e rotor do motor elétrico.

Para quantificar esta potencialidade durante o seu uso, foi escolhida uma experiência com a ferramenta em condições normais, isto é, como é vendida pelo fabricante, e apenas modificada através da colocação de uma blindagem plástica para evitar que as partículas geradas no interior migrem para o exterior da ferramenta, contaminando assim o produto. Também, foram analisadas as partículas geradas para determinar o grau de periculosidade que estas representam não só pelo seu tamanho, mais também pela sua composição elemental.

## EXP. 28 GERAÇÃO DE PARTÍCULAS

---

Método: Foi ensaiada uma parafusadeira da marca Golnex, elétrica, normalmente colocada sobre a estação de trabalho durante o processo, de maneira que o operador só exerce uma leve pressão na direção vertical para acionar-la.

A parafusadeira escolhida para os testes é usada normalmente em processos produtivos de montagens mecânicas. Assim, a parafusadeira gera partículas metálicas ao girar devido aos atritos internos das suas partes em movimento, não podendo ser usada nessas condições em processos de ambiente controlado. Para evitar que as partículas geradas fossem levadas ao exterior da carcaça, e desta maneira contaminassem o ambiente, esta foi coberta de uma blindagem plástica ao seu redor.

A parafusadeira foi testada numa capela de fluxo laminar horizontal de velocidade, de aprox. 0.5 m/seg, sendo sustentadas por um sistema fixador conforme visto na Fig. 57.

A uma distância de 200 mm da parafusadeira, após a mesma e no sentido do fluxo foi montado o aspirador de ar de um contador de partículas por raios Laser Climet 6300, o qual aspirava o ar proveniente do fluxo horizontal, a razão de 2.8 litros por minuto. Desta maneira, eram captadas as partículas geradas pela ferramenta durante sua rotação, que levadas pelo fluxo horizontal da bancada, entravam no aspirador de ar do contador de partículas.

Todas as medições foram realizadas com uma velocidade fixa da parafusadeira, 500 r.p.m., considerada rotação normal de trabalho para este tipo de operação.

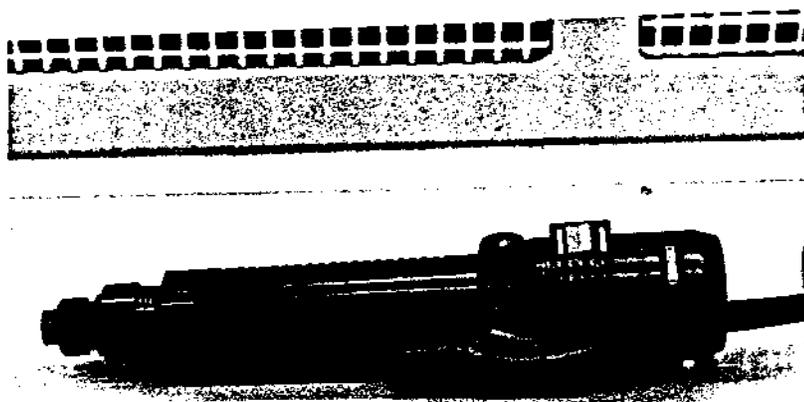


Fig. 56.- Parafusadeira utilizada na experiência



Fig. 57.- Montagem da parafusadeira elétrica para ensaio de geração de partículas na bancada de fluxo horizontal.

Resultados:

Tempo (minutos)	PARAFUSADEIRA BLINDADA				PARAFUSADEIRA SEM BLINDAGEM			
	0.3 u	0.5 u	1.0 u	TOTAL	0.3 u	0.5 u	1.0 u	TOTAL
01	1751	276	15	1833	2152	781	562	3495
02	1553	290	23	1643	1997	733	515	3245
03	1552	315	15	1638	2175	782	585	3542
04	1127	258	13	1205	2380	852	595	3827
05	835	222	15	922	2227	811	602	3640
06	704	195	15	795	2313	751	501	3565
07	642	191	15	727	2653	912	615	4080
08	652	199	15	730	2604	815	611	4030

Tab.4 Comparação das partículas geradas pelas parafusadeiras para ver o efeito da blindagem. ( Taxa de geração por minuto )

## EXP. 29 CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS GERADAS

---

Método: De uma maneira similar a quantificação das partículas geradas pelas parafusadeiras, foram colocados filtros de poliéster de porosidade de 0.2 micron, a uma distancia de de 200 mm da carcaça, na bancada de fluxo laminar horizontal, com velocidade de ar de 0.45 m/seg.

Apos a coleta, de 5 minutos, os filtros foram retirados e preparados para analise no microscópio eletrônico e espectôgrafo de raios X com uma camada de ouro.

### Resultados:

As partículas encontradas na análise sob o microscópio eletrônico correspondem à três elementos principais: Fe, Mg e Si, como pode ser visto na Fig. 58, provenientes de ligas de Fe de peças internas.



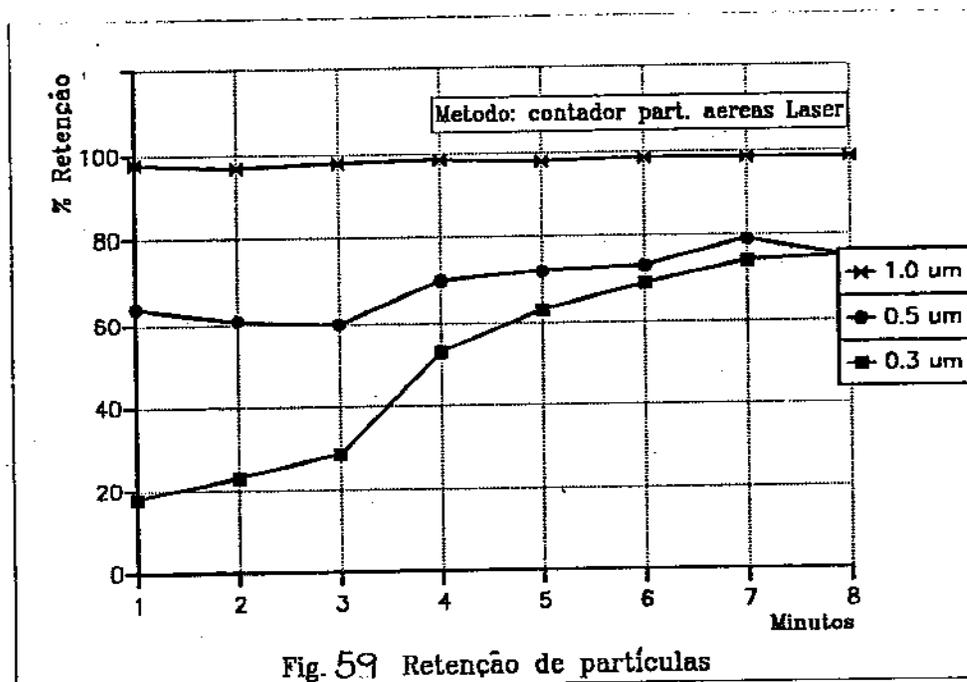
Fig. 58 - Partícula de MgSiFe gerada pela parafusadeira elétrica.

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

Analisando os dados mostrados na Tabela 4, pode ser observado que à uma rotação de 500 rpm, para todos os tempos de amostragem, a parafusadeira blindada gera menos partículas que a parafusadeira normal, aliás como era de se esperar. No entanto, a blindagem proposta se comporta de diferentes maneiras em relação aos diferentes tamanhos de partículas geradas.

A porcentagem de retenção de partículas, obtida através da diferença entre as partículas geradas para um mesmo tempo pelos dois tipos de parafusadeiras utilizadas, mostra uma tendência crescente respeito ao tempo para os tamanhos de partículas de 0.3 e 0.5 microns, mantendo-se constante para 1.0 micron, como pode ser observado na Fig.59.

Assim, no primeiro minuto de funcionamento, a parafusadeira blindada gera apenas 18 % a menos partículas de 0.3 microns que a normal, isto é, a capacidade de retenção seria só 18 %, sendo este valor aumentado para 55 % com 4 minutos e 75 % após 7 minutos de funcionamento.

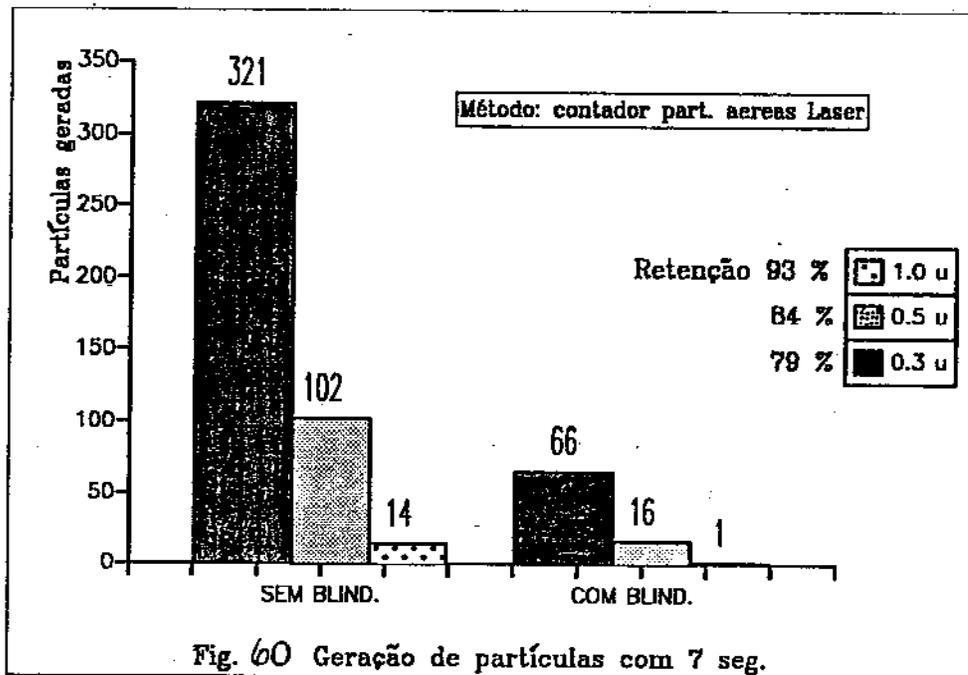


Ao examinar os dados de partículas de 0.5 micron, podemos observar uma tendência similar, embora não tão pronunciada, com 64 % de retenção no primeiro minuto, 70 % no quarto e 75 % no sexto minuto.

Para partículas maiores de 1.0 micron, por outra parte, a capacidade de retenção da blindagem mostra-se constante para qualquer tempo, ao redor de 97 %.

Estes resultados, no entanto, mostram o comportamento da blindagem respeito ao tempo de funcionamento a uma velocidade de rotação constante de 500 rpm, sendo que, em termos reais a parafusadeira não deve ser utilizada mas que alguns segundos ao apertar o parafuso ou porca, sendo desligada automaticamente uma vês e retirada a pressão sobre ela.

Sendo assim, os primeiros segundos de funcionamento irão a corresponder ao total de partículas realmente gerada. Para quantificar esta geração foram feitas três medições de 7 segundos cada, correspondentes ao tempo que o contador de partículas utilizado leva em aspirar 2,8 litros, sendo logo desligado automaticamente. Os resultados podem ser vistos na Fig. 60.



Os resultados obtidos nos primeiros 7 segundos nao se mostram de acordo com as tendencias observadas nos 7 minutos. A blindagem re-  
tém 79 % das partículas de 0.3 micron nos primeiros 7 segundos, e  
18 % no primeiro minuto. Da mesma maneira, as partículas de 0.5  
micron são retidas em até 84 % nos primeiros 7 segundos, contra  
64 % no primeiro minuto. Para partículas de 1.0 micron, esta capaci-  
dade de retenção mostra-se pouco variável, da ordem de 3 ou 4 %.

Esta diferença encontrada na geração de partículas com respeito  
ao tempo parece ser originada na capacidade intrínseca da blindagem  
de reter partículas, isto é, uma vez geradas as partículas na pa-  
rafusadeira, estas demoram um certo período de tempo em chegar ao  
exterior, sendo esta demora ação direta da blindagem, até um valor  
máximo, superior a 7 segundos e inferior a 1 minuto. Assim, as par-  
tículas são acumuladas na parte interna da carcaça e só vão ser im-  
pulsionadas ao exterior após a concentração de um máximo valor, não  
apresentando desta maneira, um fluxo contínuo desde o início da  
rotação.

Para o caso de partículas maiores de 1.0 micron, a blindagem tes-  
tada é suficientemente selada para não permitir a saída em qual-  
quer tempo.

## CONCLUSÕES

O método utilizado na quantificação de partículas geradas pelos dois tipos de parafusadeiras se mostra eficaz e de resultados confiáveis, sendo também rápido e simples.

A confiabilidade dos resultados está fundamentada quase que totalmente na qualidade do instrumental utilizado, incluindo nesta amostra de fluxo laminar horizontal e o contador de partículas a raios laser.

Na análise das partículas geradas foram encontrados, como foi dito, Fe, Si e Mg. Estes três elementos são comuns a muitas das peças metálicas que formam, montadas, os produtos mecânicos. No entanto, o Fe, assim como outros elementos magnetizáveis, pode ser considerado extremamente perigoso, não tanto pelo tamanho das suas partículas e pelo dano físico que poderiam causar, senão, pelas suas propriedades magnéticas, uma vez que estas partículas, ao se depositarem sobre os discos de gravação, podem alterar o ordenamento magnético da estrutura, provocando desta maneira a perda de informação.

Sendo assim, pode ser considerado arriscada a utilização de ferramentas que sejam movidas por motores elétricos para este tipo de aplicação, pois estas partículas tem grandes chances de provocar danos consideráveis nos discos, ao atingir a superfície destes.

#### 4.8. AS PARTÍCULAS CONTIDAS NAS EMBALAGENS

Um outro tópico importante a ser quantificado no estudo dos processos limpos se refere à limpeza relativa das embalagens isto é, os sacos plásticos que irão conter as peças de montagem e artigos de consumo utilizados no processo limpo.

Estas embalagens precisam estar tanto ou mais livres de contaminantes que os próprios artigos de consumo ou peças, uma vez que sua utilização poderia contaminar os produtos embalados e assim todo o esforço e cuidado feito durante o processo de fabricação destes estaria perdido.

Não existe na literatura nenhuma referência com respeito dos limites de partículas permitidos ou da limpeza relativa que estas embalagens deveriam apresentar, embora deva ser considerado fundamental que estas contenham menos partículas que o nível aceito para o produto embalado nelas.

Desta maneira, foi idealizada uma experiência para determinar o grau de limpeza de 2 tipos de embalagens através da quantificação direta das partículas contidas no seu interior e sua posterior análise no microscópio eletrônico.

As embalagens utilizadas são de polietileno, de fabricação nacional e americana. As embalagens americanas testadas são de uso corrente na indústria de produtos micro-eletrônicos, sendo que as nacionais utilizadas para os testes são para uso em diversas aplicações, isto é, não são especialmente projetadas para aplicações especiais. Estas últimas foram testadas sob duas condições: como fornecidas comercialmente e após um processo de lavagem com sabões neutros em ambiente Classe 100 para eliminação de partículas.

## EXP. 30 QUANTIFICAÇÃO DE PARTÍCULAS

---

**Método:** Os sacos plásticos originalmente estavam abertos exclusivamente na sua parte superior, sendo de um só corpo, isto é, não apresentavam soldas nem costuras laterais.

As embalagens foram abertas sob o fluxo laminar classe 100 e lavadas internamente com Freon filtrado a 0.2 micron, para retirar as partículas das paredes internas. O líquido contendo as partículas retiradas das paredes escorria através de um corte feito na parte inferior de cada embalagem, se depositando num beaker de vidro. Posteriormente, o líquido foi filtrado em filtros de poliéster de porosidade média 0.45 micron, para contagem óptica de partículas maiores de 5.0 micra.

A seguir, os filtros foram preparados com uma cobertura de ouro para análise no microscópio eletrônico.

### Resultados.

Embalagem americana	:	0 partículas > 5.0 micra
Embalagem brasileira original	:	1244 partículas > 5.0 micra
Embalagem brasileira lavada	:	1564 partículas > 5.0 micra

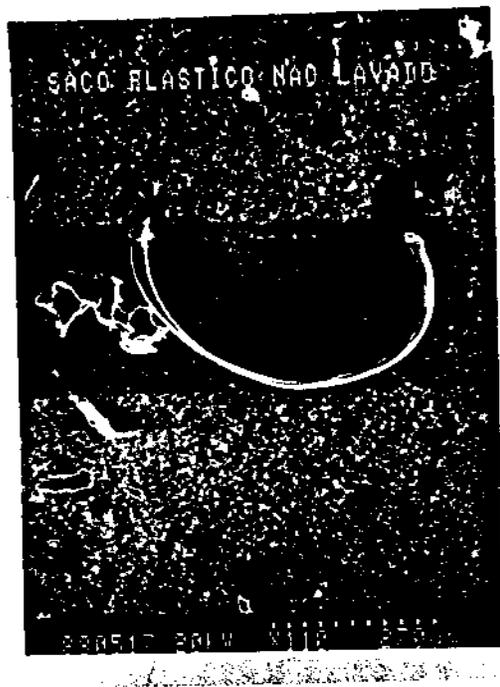


Fig. 61.- Partículas presentes nas embalagens nacionais originais

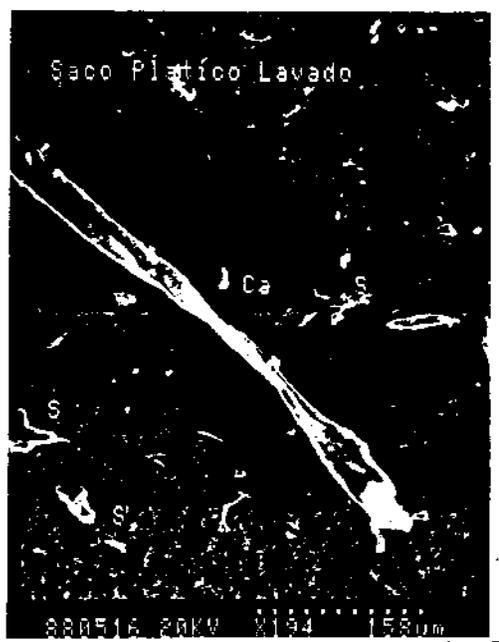


Fig. 62.- Partículas presentes nas embalagens nacionais lavadas.

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

Pelos resultados encontrados, pode ser observada uma diferença marcante no que se refere ao número de partículas maiores que 5.0 micra nas embalagens nacionais e americanas. As embalagens americanas não apresentam nenhuma partícula deste tamanho, sendo que as nacionais originais apresentam 1244, e as lavadas, 1564, como valores médios de três embalagens quantificadas.

Na análise sob o microscópio eletrônico, foram encontradas somente partículas orgânicas nas embalagens originais, e Ca, Si e S nas embalagens lavadas.

As partículas e fibras orgânicas encontradas nos dois tipos de embalagens apresentaram grande tamanho, entre 100 e 500 micra, sendo que as encontradas nas embalagens lavadas variam entre 20 micra ( partículas de Ca ) e 350 micra ( fibras orgânicas ).

Deve ser notado que as embalagens nacionais originais apresentam menor quantidade de partículas que as mesmas após um processo de lavagem com água deionizada e sabões neutros. Estes resultados podem ser interpretados como consequência da utilização de água e sabões não adequados respeito ao conteúdo de partículas durante a lavagem.

Por outro lado, não é possível comparar os resultados obtidos na experiência com valores pre-estabelecidos que permitam determinar a condição de uso destas. Também, ao comparar os valores encontrados nas amostras americanas com os encontrados nas amostras nacionais, vemos claramente que as amostras americanas não apresentam riscos de contaminar peças ou produtos com partículas da ordem de 5.0 micra ou mais.

## CONCLUSÕES

Se examinamos as diferenças fundamentais que existem entre os processos farmacêuticos ou médicos e os processos de micro-eletrônica podemos observar que, no caso das embalagens farmacêuticas as embalagens são de um tipo de polímero que não permite uma degradação como consequência de uma reação entre os compostos químicos do remédio e os materiais da embalagens, que alterariam a composição original deste. Assim, para muitos tipos de remédios é utilizado o vidro, uma vez que o vidro conserva as características originais ao não reagir quimicamente.

Assim também, os plásticos utilizados para embalagem de sangue, plasma ou soro fisiológico não devem permitir este mesmo tipo de reação. Também, como no caso das embalagens para remédios não devem conter germens vivos, pelo que o material deve resistir aos processos de acepsia em que deve ser previamente tratado.

As embalagens destinadas a produtos micro-eletrônicos devem, por outra parte, não conter nenhum tipo de partículas soltas ou que poderiam ser geradas através de pequenas forças, incluindo nisto os gérmenes, vivos ou mortos, uma vez que representam problema devido apenas ao seu tamanho e não pelo fato de estar vivos ou mortos.

O método de verificação preliminar da contaminação existente nas embalagens se mostrou suficientemente eficaz para verificar o grau de limpeza com que as embalagens saem do processo de fabricação, podendo ser atribuída à presença de fibras longas de material orgânico ao corte final das embalagens para delimitar o seu comprimento, e as partículas de calcio, silício e enxofre encontradas nas embalagens lavadas, a contaminação agregada devido à utilização de filtragens não apropriadas.

Uma vez sejam obtidas amostras nacionais livres de partículas e fibras de grande tamanho, é recomendável proceder ao exame de partículas menores, com a utilização de contadores de partículas em líquidos.

## C A P I T U L O   V

---

### CONCLUSÕES FINAIS

---

Como foi dito anteriormente, o controle da geração de contaminantes que afetam os produtos sendo fabricados é fundamental, dado o acelerado avanço tecnológico em áreas de micro-eletrônica, óptica, farmacêutica, montagem de computadores, etc. Sem o controle destes contaminantes, a qualidade e durabilidade destes produtos estará sendo seriamente comprometida.

No presente trabalho apresentamos um estudo geral sobre o controle de contaminantes nos processos de fabricação em ambientes "limpos", aplicáveis às diversas tecnologias.

No detalhamento do estudo sobre as fontes mais importantes de geração de contaminantes em ambientes limpos foram desenvolvidos métodos que permitem a coleta, caracterização e identificação destas fontes. Cabe ressaltar, por exemplo, a coleta de contaminantes gerados pelas luvas dos operadores das Salas Limpas, através de impressões digitais em "wafers" de silício e sua posterior análise por microscopia eletrônica e Raios X, a modificação do método óptico de quantificação de geração de partículas nos trajes dos operadores das Salas Limpas proposto pela A.S.T.M., para uma quantificação usando contadores óptico-eletrônicos ou a raios laser.

Os métodos desenvolvidos levam em consideração, em geral, os meios disponíveis no Brasil, de forma que possam ser aplicados diretamente nos vários laboratórios já existentes, principalmente na indústria micro-eletrônica e de montagem de computadores.

No país, o controle de contaminação em processos produtivos de alta tecnologia deve ser estudado desde suas origens, paralelamente ao início dos processos de fabricação destas. Sem esse estudo o objetivo principal, nos levar a uma auto-suficiência nas áreas mencionadas, não será cumprido.

Este trabalho procurou dar uma abordagem geral aos vários aspectos do controle de contaminação, sem ser no entanto exaustivo no assunto. Mesmo dependendo da utilização específica dos ambientes limpos alguns aspectos tornam-se mais relevantes do que outros, fugindo então do intuito deste trabalho, entrar no detalhamento de cada caso.

Assim, em se tratando de um tema bastante vasto, é colocado em destaque vários pontos críticos. Este trabalho ainda propõe métodos para caracterização de ambientes, e principalmente abre um tema de pesquisa incipiente no Brasil, esperando que outros possam dar sua contribuição para que brevemente o país disponha de um conjunto normativo sobre características de ambientes limpos, bem como a padronização de métodos para sua caracterização e controle.

## C A P I T U L O V I

### BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Viswanadham, P.; "Contamination Control in Disk Drive Manufacturing: a Quality and Reliability Perspective". Microcontamination, Abril 1987, p. 41.
- 2.- Carvalho, L.; "Informação". Editora IBM-Brasil, Agosto 1986, p. 2.
- 3.- Fisher, W.; "Particle Monitoring in Clean Rooms with a TSI 3020 Condensation Nucleos Counter". TSI Journal of Particle Instrumentation. Janeiro 1987, p. 5.
- 4.- Cheung, S. and Roberge, R.; " An Inside Look at Measuring Particles in Process Equipment". Microcontamination, May 1987, p. 45.
- 5.- Baker, E. and Fishkin, B.; "Particle Control in Process Equipment: A Case Study". Microcontamination, Setembro, 1986. p. 53.
- 6.- Rapa, A. "Clean Rooms For VSLI Manufacturing". Course notes at The IBM Manufacturing Institute, N. York, 1983.
- 7.- Hoenig, S.; "Contamination Control For Yield Improvement ", Semiconductor International, Novembro 1987, p. 72.
- 8.- Gunawardena, S. et al.; "Smif and Its Impacts On Cleanrooms Automation". Microcontamination, Setembro 1985, p. 55.
- 9.- Federal Standard 209-B. "U.S. Federal Publications", 1968.
- 10.- Stein, J.; "Laminar Flow for Clean Processes". Course notes at The Environmental Sciences Seminar, Berkeley, Setembro 1987.
- 11.- Contamination Control Handbook; U.S. Department of Commerce, National Technical Information Services, 1969, p. V-42.
- 12.- Edmark, K. and Quakembos, G.; "An American Assesment of Japanese Contamination-Control Technology", Microcontamination, Dezembro 1983, p. 41.
- 13.- Burnett, J.; "Trends in Cleanrooms Selection: Alternatives For Contamination Control". Microcontamination, Maio 1986 p. 34.

- 14.- Stokes, K.; "Introduction to Contamination Control", Video Conference of The Institute of Electrical and Electronic Engineers, IBM San José, California, Dezembro 1987.
- 15.- Beddow, J.; "Particulate Characterization in Technology". CRC Press, Boca Ratón, 1984, p. 151.
- 16.- Beddow, J.; "Particulate Science and Technology", Chemical Publishing Co, N. York, 1980, p. 58.
- 17.- Liu, B.; "Aerosol Measurements". Course Notes at the University of Minnesota, Agosto 1986.
- 18.- Sem, G.; "Aerodynamic Particles Size: why is it important?". TSI Quarterly, Saint Paul, Minnesota, Julho 1984, p. 4.
- 19.- Rapa, A.; "VSLI Manufacturing". IBM Internal Course, East-Fishkill, N. York, Abril 1985.
- 20.- Liu, B.; "Aerosol Mechanics". Tutorial at the 33th Annual Technical Meeting of The Institute of Environmental Sciences, San José, California, Maio 1987.
- 21.- Liu, B. and Kuhlmeier, G.; "Efficiency of Air Sample Media". Course Notes of Aerosol Measurement, University of Minnesota, 1983.
- 22.- Khilnani, A. and Matsuhiro, D. "Adhesion Forces in Particle Removal From Surfaces". Microcontamination, Abril 1986, p. 28.
- 23.- Beddow, J.; "Adhesion and Deposition of Particles". Chemical Publishing Co, N. York, 1980, p. 581.
- 24.- Yost, M. and Steiman, A.; "Electrostatic Attraction and Particle Control". Microcontamination, Junho 1986, p. 18.
- 25.- Liu, B. and Ahn, T.; "Particle Deposition in Semiconductors". Particle Technology, University of Minnesota, Abril 1986.
- 26.- Mattox, D.; "Surface Cleaning in Thin Film Technology". Surface Contamination, K.L. Mittal, Editor. New York, 1968.

- 27.- Brandreth H., Johnson, R.; "Deposition of sub-micron particles due to diffusion and electrostatics". IBM Corporate Seminar, Rochester, 1986.
- 28.- Ikasaki, F. and Kamamura, M.; "Electric Adhesion of a single Particle of a Powder at Room Temperature and Above Temperature and its Applications to a Fluidized Bed". Particulate Science and Technology, 1984, p. 271.
- 29.- Whitfield, W. ; "A Study of the Effects of Relative Humidity on Small Particles Adhesion to Surfaces". Surface Contamination, K.L. Mittal, Editor, N. York, 1968.
- 30.- Liu, B. and Piu, D., "Aerosol Charging Neutralization and Electrostatic Discharge in Clean Rooms". The Journal of the Environmental Sciences, Março-Abril 1987.

## A P Ê N D I C E

A continuação, daremos uma breve descrição dos instrumentos mais usados nas experiências deste trabalho:

### A.- O ANALISADOR DE IMAGENS "SURFSCAN"

---

O Surfscan modelo 3000 é uma unidade de inspeção de contaminantes normalmente utilizada nos processos de fabricação de pastilhas de silício, quantificando as partículas da sua superfície antes e depois do processo de limpeza.

Consta de três unidades básicas: unidade de varredura, monitor e impressora. A unidade de varredura está interligada com um teclado e um transportador de pastilhas de silício, e o monitor com a impressora.

Dentro das opções que apresenta para visualizar os dados, pode ser escolhida uma seleção de parâmetros tais como mapeamentos da superfície da pastilha de silício, resumo de dados, histograma e também exclusão de áreas desejadas, i.e., possibilita a exclusão de áreas a não serem consideradas para efeito dos cálculos do mapeamento. Esta exclusão de área é de grande utilidade quando se deseja não incluir as áreas mais externas da pastilha, devido à possibilidade de contaminação nestas áreas durante o manuseio.

O ciclo de medição do Surfscan começa ao ser transportada uma pastilha de silício desde o porta-pastilhas, através de um braço que suspende a pastilha por meio de um leve vácuo, até a unidade de varredura, por uma janela comunicadora.

Dentro da unidade de varredura, as partículas presentes na superfície da pastilha de silício são iluminadas por um raio laser, produzindo uma difusão da luz do laser, proporcional ao tamanho da partícula atingida, e sendo medido pelo sistema óptico-eletrônico durante o movimento da pastilha de silício dentro da unidade de varredura. Esta combinação de raio varredor oscilante e movimento da pastilha de silício cria um sistema X-Y rastreador que gera os dados no monitor.

Uma vez completada a varredura e leitura, o ciclo finaliza ao ser colocada a pastilha de silício na caixa porta-pastilhas, podendo ser começado outro ciclo de medições, na pastilha seguinte.

## B.- O SISTEMA AUTOMÁTICO DE PARTÍCULAS "HITACHI-LEMONT-KEVEX"

---

O sistema automático Hitachi-Kevex-Lemont é um sistema híbrido construído por técnicos da Kevex Corporation de E.U.A., para quantificar partículas, analisar sua composição elemental e visualiza-las eletronicamente.

O sistema consta de um microscópio eletrônico de varredura Hitachi S-520, um espectrometro Kevex modelo 800 EDS computadorizado e um analisador de imagens Lemont modelo DA-10.

A coluna do microscópio eletrônico consiste de um canhão eletrônico que pode acelerar os elétrons com energia variando de 10 a 30 keV, lentes magnéticas ( usualmente três), diafragmas e dois pares de bobinas para deflexão. Este conjunto produz um feixe eletrônico que pode ser focalizado sobre a amostra em um ponto muito pequeno ( aprox. 100 Å de diâmetro ) e que pode ser deslocado sobre a varredura.

As lentes eletromagnéticas tem diferentes funções, sendo que o lente condensador controla a corrente do feixe e a objetiva controla o foco. Durante o tempo que o feixe de eletrons é rastreado sobre a amostra, a intensidade de varias sinais são mostradas em um tubo de raios catódicos, cujo feixe é rastreado de maneira sincronizada com o feixe de eletrons do microscópio, na superfície da amostra.

O aumento do microscópio eletrônico é dado pela relação entre a linha de rastreio no Tubo de Raios Catódicos (normalmente de 9 cm) e o comprimento da linha de varredura na superfície da amostra. Este aumento é incrementado no microscópio eletrônico simplesmente varrendo um pequeno quadrado na amostra e mantendo continua a visualização da linha varrida no máximo de largura do Tubo de Raios Catódicos.

Dos sinais que podemos obter citamos:

- \* Alguns eletrons, chamados de retroespalhados, refletem na amostra com uma energia próxima à do elétron incidente, sendo detectado sobre a amostra com uma sensibilidade proporcional ao numero atômico desta.
- \* Eletrons secundários, que escapam da superfície da amostra à energia muito baixa, 0-50 eV, são conduzidos ao detector do microscópio por um campo elétrico de aproximadamente 300 V, produzindo imagens de alta resolução e sensibilidade topográfica da amostra.
- \* Na interação dos eletrons com a amostra são produzidos Raios X, gerados através da penetração de eletrons primários, podendo ser obtidas informações sobre a composição elemental da amostra na área excitada pelo feixe, na superfície desta.

Para analisar imagens, o sinal emitido é selecionado para produzir a melhor imagem possível, e eliminar as partes desta imagem que são consideradas indesejáveis. Para propósitos de produzir imagens, é possível digitalizar as posições do feixe de eletrons até 4000 linhas de resolução para aumentos menores de 25 mil vezes e analisar amostras com somente um pixel no Tubo de Raios Catódicos de 500 linhas. [1]

Embora uma imagem de alta resolução não seja necessária para analisar partículas micrométricas, a análise de imagens no microscópio de varredura é gerada para obter uma identificação química dos elementos presentes nas amostras. Os eletrons do feixe incidente, podem arrancar eletrons das camadas atômicas dos elementos, o que leva o átomo à um estado excitado. Eletrons de outros níveis atômicos mudam de órbita para ocupar o lugar destes. Este relaxamento ocorre com a liberação de um foton de Raio-X com a energia correspondente ao salto de posição orbital no átomo.

O EDS ("Energy Dispersive Spectrometer" - Espectrometro de Energia Dispersiva) relaciona o número de Raios X gerados com a energia desprendida. Assim, picos no espectro formado corresponderão a um valor característico para elementos químicos específicos.

Por outra parte, os Raios X emitidos pela interação dos elétrons de alta energia incidentes com a amostra não são possíveis de captar para produzir imagens, dado que o processo de formação de imagens é muito lento. Desta maneira, a imagem produzida pelo analisador de imagens é obtida para detectar e medir fisicamente a amostra, sendo os Raios X captados depois de localizar e medir esta, para efeitos de análise químico.

O sistema pode trabalhar de forma totalmente automática, sendo capaz de analisar sequencialmente até 6 amostras. Numa operação típica, o analisador de imagens analisa 1000 ou mais partículas por amostra ou 200 locais pre-estabelecidos, num total de 48 horas de serviço sem qualquer tipo de comando.

O sistema gera relatórios dos locais examinados incluindo tamanhos das partículas, quantidades e elementos presentes, histogramas e estudos estatísticos dos elementos presentes.

A maioria das análises são feitas no modo de elétrons retro-espalhados, de modo que partículas de diferentes números atômicos produzem diferentes intensidades de sinal quando comparadas ao substrato. Também localiza, detecta e registra dados sobre partículas que não são visíveis no Tubo de Raios Catódicos do microscópio eletrônico, através do analisador de imagens, uma vez que a maioria dos Tubos de Raios Catódicos dos microscópios eletrônicos possuem uma resolução máxima de mil pixels por linha [2].

As análises qualitativas desenvolvidas nestas experiências utilizaram o sistema manual e automático do sistema Hitachi-Kevex-Lemont descrito anteriormente. Para a análise manual, as varreduras de elementos foi feita partícula por partícula, sendo que na operação automática, foram delimitadas 150 áreas de análise com um aumento de 500 x para cada amostra, isto é, foram analisadas as partículas dentro das 150 áreas pré-estabelecidas na amostra.

## C.- OS CONTADORES DE PARTÍCULAS

---

Os contadores de partículas aéreas e em líquidos são instrumentos quantificadores que utilizam sistemas ópticos-eletrônicos que funcionam a base de lâmpadas halogênicas ou lâmpadas de He-Ne para produzir raios laser.

Estes contadores, em geral, possuem uma bomba aspiradora de ar que leva as partículas em suspensão através de um tubo interno onde são impactadas pela luz produzida pela lâmpada. Um sistema de lentes, do outro lado, coleta a luz dispersada e um sistema eletrônico a transforma em sinais elétricas, cujas amplitudes são proporcionais ao tamanho das partículas.

Para as experiências de quantificação de partículas aéreas foram utilizados contadores "Climet 6300" e "ATCOR", a raios laser, e um contador óptico-eletrônico halogênio "MET-ONE". Para a quantificação de partículas em líquidos foi utilizado um contador de raios laser "Climet 1000", vide Fig. 41.

Fig. 63.- Esquema de funcionamento típico de um contador de partículas a raios laser.

## D.- OS FILTROS

-----

Os micro-contaminantes presentes num ambiente qualquer podem ser detectados de diversas formas: através de sistemas ópticos, óptico-eletrônicos, filtragem, etc. No entanto, quando existem contaminantes sólidos, metálicos ou orgânicos, sendo gerados por uma fonte qualquer, a quantificação das partículas que estão sendo geradas por esta fonte não é geralmente suficiente para localizar o exato local e assim proceder a sua eliminação, sendo necessário, então, que a natureza destas partículas seja conhecida.

Para obter esta informação, devem ser coletadas amostras dos contaminantes e estas analisadas através de métodos tais como microscopia eletrônica, analisadores de imagens, Raios X, etc. Uma vez que estas partículas são qualificadas quanto a tamanho e forma, e sua composição conhecida, podem ser trazadas as suas origens e assim ser eliminada a fonte geradora.

Pode ser dito que a micro-filtração é o processo de remoção de contaminantes da ordem de 0.025 micron a 10 micra presentes nos fluidos [3], através da passagem deste fluido por um meio microporoso.

De uma forma geral, os filtros podem ser classificados em duas classes: filtros de aerossóis e filtros de gases. Os filtros de aerossóis coletam sólidos e líquidos através de retenção inercial, aumento do tamanho da partícula através da aglomeração dela, precipitação dos contaminantes em campos elétricos, ou impingimento das partículas em superfícies de impactação, geralmente filtros.

Por outra parte, os filtros de gases estão baseados principalmente nas propriedades físicas e químicas do material, condensando eles por mudanças de temperatura ou conversões químicas.

Desde o ponto de vista industrial, os filtros podem ser classificados em 5 categorias gerais:

\* Filtros industriais, desenhados para reter altas concentrações de pós através de baixos fluxos de ar, utilizando fibras sintéticas.

\* Filtros de ventilação, aplicados no controle de concentrações médias de pós, a altas velocidades de ar. A media do filtro geralmente inclui fibras sintéticas e vegetais, cobertas com um óleo fino para reter as partículas. Este tipo de filtro é desenhado para reter partículas de tamanhos maiores a 5 micra.

\* Filtros de eficiência intermedia, desenhados para conter níveis de poeira de baixa densidade a moderados fluxos de ar. A maioria destes filtros utiliza fibras de vidro ligadas com resinas sintéticas, sendo posible filtrar até 90 % do pó atmosférico através da variação do diâmetro das fibras ou do reticulado.

\* Filtros de alta eficiência, sendo os mais comuns dos filtros utilizados nas "salas limpas". A media dos filtros consistem normalmente numa folha de pouca espessura feita a base de fibras ultra-finas, as que tem sido folhadas para formar um bolso profundo. A eficiência mínima normal deste tipo de filtros e de 99,97 % de retenção de partículas maiores de 0.3 micron, e são chamados de filtros HEPA ( High Efficiency Particulate Air )

\* Filtros de ultra baixa penetração ( Ultra Low Penetration, ou ULPA ), são filtros com eficiência de 99,999 % de retenção de partículas maiores de 0.12 micron.

Desde o ponto de vista dos materiais e tipos de filtros usados normalmente na indústria eletrônica ou de mecânica fina, os filtros podem ser classificados em:

\* Filtros de fibras

São filtros que coletam partículas por impactação e interceptação, sendo muito eficientes para todo tamanho de partículas. São construídos com fibras de vidro, celulosa ou polímeros sintéticos, apresentando pouca queda de pressão durante o seu funcionamento.

#### \* Filtros de membranas

São filtros que coletam as partículas por impactação. Possuem pequenos poros da ordem de 0.01 micron a 2.0 micra de diâmetro, por onde escorre o fluido, não deixando passar as partículas através deles. São fabricados a base de gelatina de ester celulosa seca, em filmes de aproximadamente 150 micra, com tamanho de poro controlado.

São utilizados em análises ao microscópio óptico, uma vez que apresentam a vantagem de posuir índice de refração 1.51, o mesmo índice apresentado por alguns óleos quando imersos em vidro. Esta característica faz que o filtro desapareça ópticamente quando submerso no óleo referido.

#### \* Filtros solúveis

São filtros a base de fibras de poliestireno, solúvel em solventes orgânicos tais como toluol, benzol, etc.

#### \* Filtros Nuclepore

São filtros fabricados com uma película extremadamente fina, de policarbonato, da ordem de 10 micra. A superfície do filtro possui poros circulares, obtidos através de ataques químicos da película base. São fabricados unicamente pela Nuclepore Corporation, nos E.U.A.

Durante as experiências foram usados 3 tipos de filtros: filtros de membranas, da Millipore, filtros de policarbonato da Nuclepore e filtros solúveis, do mesmo fabricante.

Os filtros de membrana foram utilizados para contagem óptica dos contaminantes, utilizando reticulados desenhados na superfície para facilitar a contagem de partículas. O material base destes filtros é o Durapore ( Polivinilidenedifluorido ), o qual apresenta compatibilidade com todos os fluidos utilizados nas experiências, isto é, água deionizada, álcool isopropílico, triclotrfluoretano e acetona.

Os filtros de policarbonato utilizados possuem poros de diâmetros variando entre 0.2 a 1.0 micron, de acordo com o tipo. Estes foram utilizados para a filtragem de fluídos contendo contaminantes com posterior análise em microscópio eletrônico de varredura, sendo necessário uma cobertura de ouro ou carbono para tal efeito.

Os filtros solúveis foram utilizados somente nas experiências destinadas ao análise qualitativo de limpeza, através de turbidímetros. O filtro, contendo as partículas coletadas pela filtragem (com água deionizada) era dissolvido em acetona, para assim poder ter uma relação de absorção de luz do turbidímetro através da solução contendo o filtro dissolvido e as partículas.

#### E.- O Turbidímetro

-----

O turbidímetro utilizado nas experiências é um instrumento que mede a luz dispersada por partículas em suspensão em líquidos, através de um sistema óptico e eletrônico que estabiliza e amplifica o sinal recebido, para depois energizar um contador digital e assim permitir a leitura de valores.

Este tipo de instrumento é normalmente utilizado pela indústria farmacêutica de fabricação de bebidas.

O instrumento utilizado foi fabricado pela H.F. Instruments, dos E.U.A. e permite um monitoramento através da padronização de valores utilizando uma referência. Este líquido de referência está contido num pequeno frasco o qual é colocado num tubo posicionador, dentro do turbidímetro. Ao ser acionado o instrumento, um feixe de luz atravessa o líquido, sendo captado por sensores posicionados na parte oposta. Através de um sistema eletrônico-digital, são desplejados valores correspondentes a quantidade de luz que atravessou o líquido, e que correspondem ao valor inicial de leitura ou valor zero.

Nas experiências de qualificação de limpeza de luvas, estas eram sumergidas em água deionizada, sendo posteriormente filtrada num filtro solúvel. O filtro, contendo as partículas, era dissolvido em acetona e feito leituras turbidimétricas, para assim obter valores relativos ao padrão ou valor zero, que neste caso era o filtro virgem dissolvido em acetona.

BIBLIOGRAFIA DO APENDICE

- [ 1 ] Edwards, R., Lebiedzki, J. e Stone, G.; "Fully Automatic SEM Analysis". Scanning, Vol. 8, 1986. p. 221.
- [ 2 ] Edwards, R. and Lebiedzki, J.; "A system for detection and Characterization of Particulate Contamination on a Fully Automated SEM/EDS/IA". Paper presented at the 17th Annual Meeting of The fine Particle Society in San Francisco, California, 1986.
- [ 3 ] Edberd, R.; "Clean Room Technology". Notes at the 11th Annual IBM Contamination Control Conference. Poughkeepsie, New York, 1987.