



## Rétrospective sur les normes ISO 14644 et NFS 90351, à l'occasion du n° 100 de la Revue Salles Propres

### Les salles propres (salles blanches), du « Federal standard 209 » aux normes ISO : histoire d'une adaptation aux progrès techniques

par Jean-Claude GUICHARD et Sylvie VANDRIESSCHE (mise à jour 16 juillet 2015)

*Depuis la parution de la norme NF EN ISO 14644-1 en 1999, le terme de « **salle blanche** » a été remplacé par le terme de « **salle propre** » même si l'expression « **salle blanche** » est encore usitée oralement, voire par écrit. Rappelons la **définition d'une « salle propre »** suivant la norme NF EN ISO 14 644-1 :*

*« Salle dans laquelle la concentration de particules en suspension dans l'air est maîtrisée et qui est construite et utilisée de façon à minimiser l'introduction, la production et la rétention de particules à l'intérieur de la pièce et, dans laquelle d'autres paramètres pertinents tels que la température, l'humidité et la pression sont maîtrisés comme il convient. »*

Le texte ci-dessous, rédigé par Jean-Claude Guichard, présente **l'historique des salles propres aux Etats-Unis et de la normalisation associée, du Federal Standard aux normes ISO 14 644.**

### Retour aux années 50

**L'histoire commence aux débuts des années 50.** Aux Etats-Unis, les ingénieurs s'inquiètent. Les gyroscopes se bloquent, les radars manquent de fiabilité et la miniaturisation se heurte à un ennemi invisible. A la veille de la conquête spatiale, la situation devient critique. L'armée américaine mobilise ses forces. Un mot d'ordre est lancé : **il faut éliminer la poussière.**

Quand on reçoit la **norme ISO 14644 « Salles propres et environnements maîtrisés apparentés »** avec ses 10 parties (*et 4 autres parties, ISO 14644-12 ; 13 ; 14 et 15 en projet au 16.07.2015*) et la **norme ISO 14698 « Maîtrise de la biocontamination »** avec ses deux parties, on ne peut qu'être impressionné par la quantité d'informations et de prescriptions qu'elles contiennent. En fait, il s'agit du couronnement d'une évolution normative qui a commencé en **1961, aux USA**, pour se poursuivre avec les différentes versions du « Federal

standard 209 » dont la dernière (209E) datait de 1992 et a été abrogée en novembre 2001. Les normes ISO reprennent ce corpus en le divisant en chapitres plus homogènes et en le complétant pour tenir compte de l'expérience des autres partenaires de l'ISO. Cette évolution s'est faite naturellement, sous la pression des besoins industriels, des avancées technologiques en matière de maîtrise de la contamination, du progrès des connaissances et de la disponibilité du matériel de mesurage.

En rapporter brièvement l'histoire, c'est **faciliter une lecture fructueuse des normes en tempérant ce que peuvent présenter d'arbitraire certaines prescriptions.**

Toutefois parmi tous les paramètres de construction et de fonctionnement d'une salle propre (salle blanche), c'est **le risque « poussière »** qui a été l'objet des évolutions les plus significatives, et c'est pourquoi la suite de ce texte sera centrée sur ce paramètre.

## **Le paramètre poussière**

La préoccupation « poussière » est ancienne mais, en ce temps là, il suffisait de « bonnes pratiques ménagères » pour s'en débarrasser.

Cependant le progrès technologique allait rencontrer ce paramètre sur son chemin, de deux façons :

- lors de la guerre de Corée en 1948, les radars ont été disponibles seulement 16% du temps, les pièces mécaniques en mouvement étant constamment détériorées par des poussières parasites. C'est l'aspect agression du matériel par les particules. On y répondait alors par des dispositions constructives.
- dans les années 50, le matériel militaire se perfectionne et se diversifie. Dans beaucoup de cas (les missiles par exemple) des centrales à inertie sont indispensables. Elles utilisent le classique gyroscope mais se développe de nouveaux modèles miniaturisés qui se déplacent dans des capsules remplies d'hélium. Lors de la production industrielle, les résultats sont inquiétants car ces gyroscopes miniatures se bloquent entraînant ainsi la perte du matériel dont ils sont une pièce vitale. La cause: la poussière « fine », celle que l'on ne voit pas. A la même époque d'autres composants sont victimes de la même maladie: les roulements à billes miniatures, les contacts électriques...

En 1955, la situation est claire : il est nécessaire d'imaginer de nouvelles méthodes de production « hors poussières ». L'US Air Force s'attaque au problème en s'assurant la collaboration de la Sandia Corporation. Cette firme est un sous-traitant de « l'atomic energy commission » et elle est chargée du développement de l'arme atomique dans ses parties non nucléaires. Elle reçoit la mission **d'imaginer et de construire des unités qui permettront la production hors poussières.** Des efforts de développement intéressent différents domaines : filtres à haute efficacité, moyens de mesurage des aérosols, construction de murs filtrants. Si bien qu'en **1960 la première salle blanche à écoulement laminaire mur-mur est inaugurée par la Sandia Corporation.** Parallèlement on apprend à mieux maîtriser le paramètre « poussière » dans les salles blanches classiques à « écoulement turbulent ».

## **Les prémices**

**En 1960**, les productions militaires délicates se font dans des enceintes dépoussiérées déjà nombreuses et on commence à explorer la relation poussières en suspension/taux de rejet. Ce

n'est pas chose facile car le principal moyen de mesurage est le recueil sur lame de microscope ou sur membrane microporeuse, suivi d'un examen au microscope optique. Comme la taille gênante se situe souvent au dessus de 10 µm et que le mécanisme de dépôt prédominant est la sédimentation, on utilise largement des plaquettes de sédimentation qu'on laisse exposées un temps suffisant dans l'ambiance de la salle. Cette pratique sera normalisée avec la notion de descripteur M dans l'ISO 14644-1 et l'ISO 14644-3 de la norme explique comment procéder.

Le principe du mesurage optique des aérosols avait été décrit en physique des aérosols avant la seconde guerre mondiale. Le développement d'un compteur, capable de compter une à une des poussières, se heurtait à des difficultés théoriques et technologiques. Néanmoins, vers 1955, la firme Royco présente ses premiers prototypes. **Les premiers compteurs commercialisés (électronique à lampes) étaient volumineux (une armoire) et lourds (plus de 100 Kg), mais ils vont permettre à l'US Air Force de mesurer ce que l'on pouvait trouver dans les salles blanches de l'époque.**

Ainsi naît, en 1961, un premier standard destiné à l'armée de l'air américaine: le « **TO-00-25-203 Standards and guidelines for the design & operation of clean rooms and supplemental devices** ».

Il propose 4 classes de propreté croissante pour les salles blanches, qui sont définies par des limites de concentration à ne pas dépasser.

Classe	Empoussiéragé maximal en particules par litre
I	9 000 particules de diamètre supérieur à environ 0,6 µm
II	3 000 particules de diamètre compris entre 0,3 et 10 µm 530 particules de diamètre supérieur à 10 µm
III	1200 particules de diamètre compris entre 0,3 et 10 µm dont 200 particules de diamètre supérieur à 1 µm
IV	350 particules de diamètre compris entre 0,3 et 10 µm dont 70 particules de diamètre compris entre 0,5 et 10 µm

Cette façon de procéder par classe granulométrique était traditionnelle en pollution des liquides et est d'ailleurs toujours utilisée.

Le Technical Order 00-25 sera refondu en 1963 et finira par être une adaptation du Federal Standard 209 aux besoins de l'US Air Force (voir la version de Novembre 1969 par exemple). Le TO 00-25 donne également de nombreux détails sur la conception des salles blanches et sur la manière de bien les utiliser. On retrouvera le fruit de ces efforts dans l'ISO 14644-4 Construction, conception et mise en fonctionnement des salles propres.

## L'avènement du Federal standard

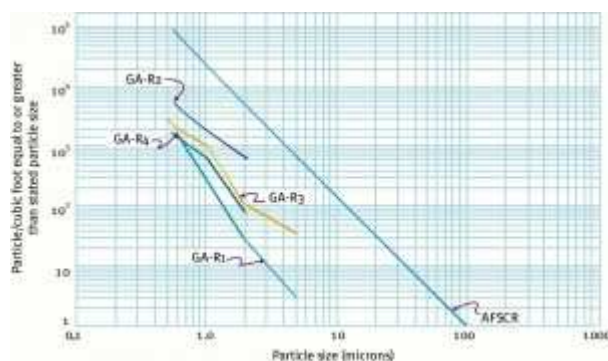


fig. 1 : les études d'Austin-Timmerman en 1963

Mais les problèmes liés aux poussières deviennent un souci partagé par les autres armes et l'industrie privée. **La nécessité d'avoir une norme fédérale est identifiée et acceptée.** La Sandia Corporation organise alors une « conférence on clean room specifications » à Albuquerque (Nouveau Mexique), **les 9 et 10 avril 1963. Il en sortira le Federal Standard 209.** Parmi les participants, on note la présence de membres de l'AACC (American Association for Contamination Control) qui a déjà quelques années d'existence et de P.R. Austin qui va présenter de nombreux résultats expérimentaux. Ces derniers sont reportés sur du papier bilogarithmique avec, en abscisse, les tailles particulières et, en ordonnée, les concentrations en nombre de particules par pieds cube de taille supérieure à celle portée en abscisse. On obtient ainsi des « courbes » qui sont des polygones cumulés composés de segments de droite. On peut les approximer par des droites moyennes dont les pentes sont variées. A l'évidence il faut trancher pour aboutir à une classification. L'auteur propose alors d'adopter une droite de référence – donc une distribution granulométrique – pour bâtir des classes – voir figure 1. Comme cette démarche arbitraire est criticable, il la conforte en faisant remarquer que si, dans les mêmes coordonnées, on porte en abscisse les diamètres de sphères de masse spécifique 2 g/cm<sup>3</sup>, et en ordonnée le temps qu'elles mettent pour chuter de 1 cm, on obtient une droite quasiment parallèle à celle proposée.

Cette proposition sera adoptée par le Federal Standard et traduite mathématiquement par :

$$C = Nc \times (0,5/d)^{2,2}$$

Où,

- C est la concentration en nombre par pied cube des particules de taille supérieure au diamètre **d** exprimé en µm, dans la salle blanche
- Nc est une constante qui définit les classes en prenant les valeurs 100, 10000, 100000.

Lors des négociations internationales qui, partant du Federal Standard mèneront à l'ISO 14644, le conflit unités anglo-saxonnes/unités métriques sera soldé en altérant légèrement l'exposant de la fonction puissance (donc les pentes des droites en papier bilogarithmique) qui devient :

$$C = 10^N \times (0,1/d)^{2,08}$$

Où,

- C est la concentration en nombre par m<sup>3</sup> des particules de taille supérieure au diamètre **d** exprimé en µm, dans la salle blanche
- N est un nombre compris entre 0 et 9

La première tentative de classification par le TO 00-25 avait été l'objet de diverses critiques portant entre autres sur la prise en compte de particules de 0,3 µm, une taille théoriquement accessible au compteur optique. Cependant, à cette époque, les mesurages à ce niveau étaient illusoires. Revenir à 0,5 µm était une option raisonnable, d'autant plus qu'elle offrait la possibilité de construire des compteurs à « grand débit » (1 pied cube/min = 28,3 l/min). Toutes ces considérations mènent alors au tableau initial du Federal Standard 209 publié le 16 décembre 1963 :

Nombre maximal de particules > 0,5 mm par pied cube	Classe	Nombre maximal de particules > 5 mm par pied cube
--	--------	--

Nombre maximal de particules > 0,5 mm par pied cube	Classe	Nombre maximal de particules > 5 mm par pied cube
100	100	
10 000	100	65
100 000	10 000	700

C'est simple et de bon goût. Car, dans cette phase d'approche des problèmes de contamination des produits, il était sans doute pertinent de choisir des chiffres ronds pour les concentrations à 0,5  $\mu\text{m}$ . Ainsi on avait des classes faciles à mémoriser, l'inconvénient était l'emploi des unités anglo-saxonnes, ce qui allait entraîner des difficultés dans les années ultérieures. Pour en sortir, **l'ISO 14644-1 impose une nouvelle nomenclature avec des classes allant de ISO1 à ISO9 (tout en s'arrangeant pour avoir des chiffres ronds à 0,1  $\mu\text{m}$ )**.

Le Federal Standard 209 donne également un graphique où les classes sont figurées par un réseau de droites parallèles. On y trouve aussi de nombreuses recommandations concernant la construction et l'utilisation des chambres propres. Enfin, il fixe les vitesses d'air à respecter dans les écoulements « laminaires ».

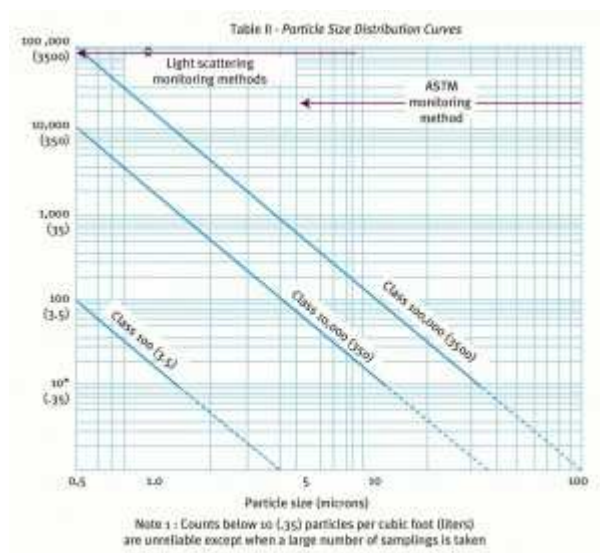


fig. 2 : Les limites de classe de propreté suivant le « Federal Standard 209A »

Le Federal Standard 209 rencontre aussitôt un succès international, et il sera traduit en unités métriques dans les différents pays utilisateurs.

Une première révision intervient dès le 10 août 1966 avec la version 209A. Le tableau de classification mentionne, entre parenthèses, les concentrations en nombre par litre. Une clause importante pour la suite est la possibilité offerte de définir d'autres classes en menant, à partir de points choisis sur la verticale à 0,5  $\mu\text{m}$ , des parallèles au réseau de droites.

Une note apparaît qui dit que les comptages inférieurs à 10 particules/pied cube ne doivent pas être retenus, sauf si on prélève un grand nombre d'échantillons. C'est la première apparition de considérations liées à la statistique de comptage. En effet, comme les particules passent dans la cellule de mesure suivant des intervalles de temps distribués suivant une loi de Poisson, un comptage  $n$  est affecté d'une incertitude statistique  $\sqrt{n}$ .

Pour tenir compte de cela, à titre d'exemple, la firme Royco suggère dès 1966 de se limiter à une erreur statistique maximale de 10% sur chaque échantillon; ce qui veut dire recueillir un comptage d'au moins 100. Pour des salles très propres, même avec des compteurs prélevant 28,3 l/min, le temps correspondant devient excessif. Aussi, dans la révision de 1986, le Federal Standard 209C se limitera à imposer des comptages minimaux de 20, ce qui correspond à une incertitude statistique relative de  $\sqrt{20}/20 = 22\%$ . C'est à partir de là que l'on a bâtis le tableau des volumes minimaux à prélever, et que l'ISO 14644-1 impose la règle du B-4-2-1.

Dans la version 209A, on mentionne la **biocontamination (paragraphe 4-10) des salles blanches** en proposant de s'en préoccuper si cela est approprié. La 209B sera plus précise en demandant que l'on mesure la biocontamination de l'air, si cela s'avère pertinent. Mais ce souci de prendre en compte la biocontamination de l'air disparaît dans les versions ultérieures. En effet, la NASA, déjà utilisatrice du Federal standard, a pris en charge ce problème dans le contexte de ses vols interplanétaires. Elle publiera, en août 1967, deux textes de base :

- « NASA standard for clean rooms and work stations for the microbially controlled environment »
- « NASA standard procedures for the microbiological examination of space hardware »

On y trouve déjà les bases qui nourriront les textes ultérieurs dont la norme ISO 14698.

## La pression industrielle

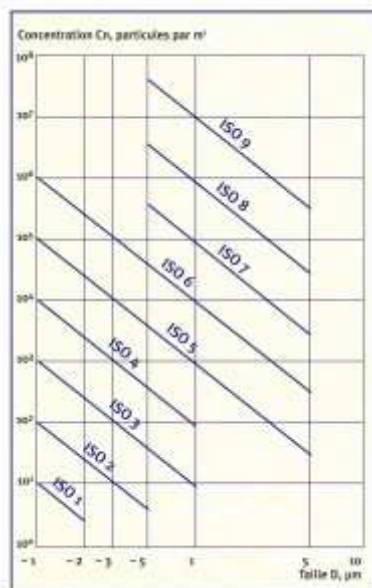


Fig. 3 : Représentation graphique des classes ISO du tableau ISO 14644-1 (Annexe A)

Le **Federal standard 209B** sort en avril 1973. Il n'y a pas de changements fondamentaux, mais différents paragraphes sont enrichis de l'expérience de terrain acquise en application des versions antérieures.

Durant cette période, les besoins industriels en propreté particulière (particulièrement en microélectronique) s'affirment, et les performances des appareils de mesure ainsi que leurs conditions d'emploi font des progrès notables. C'est pourquoi le Federal Standard va

s'enrichir de classes supplémentaires – par exemple la classe »100" - et va prendre en compte des particules plus fines – à partir de 0,1  $\mu\text{m}$ .

On arrive alors aux 13 classes de la version finale 209E dont les 6 les plus propres demandent des comptages à partir de 0,1  $\mu\text{m}$ . L'ISO 14644-1 sera plus raisonnable avec 9 classes dont les 6 premières commencent à 0,1  $\mu\text{m}$  (mais on peut convenir de ne les mesurer qu'à partir de 0,3  $\mu\text{m}$  voire 0,5  $\mu\text{m}$ ) et les 3 autres à 0,5  $\mu\text{m}$  –

Les perspectives de développement de la microélectronique vers des intégrations toujours plus poussées amène, dès 1988, à se préoccuper de l'existence dans l'air de particules inférieures à 0,1  $\mu\text{m}$ . La physique des aérosols a développé, dès 1950, les compteurs de noyaux de condensation (CNC). Il s'agit d'appareils qui, par condensation de vapeurs organiques, font grossir les particules les plus fines jusqu'à ce qu'elles aient une taille mesurable par voie optique. Ces appareils sont disponibles commercialement, mais ils ne peuvent donner qu'une réponse proportionnelle à l'ensemble des particules supérieures à un seuil situé vers 0,02  $\mu\text{m}$  (il existe des adaptations accédant à la distribution granulométrique mais peu commodes sur le terrain).

La possibilité de quantifier les particules ultrafines est prise en compte par le descripteur U de l'ISO 14644-1.

## Les problèmes métrologiques

A partir du moment où le Federal Standard, et maintenant la norme ISO, sont à la base des cahiers des charges et des documents contractuels de réception, on se préoccupe tout naturellement de la qualité des mesurages des poussières en suspension et des conditions d'interprétation des résultats expérimentaux.

On est face à des problèmes difficiles car :

- On manque de connaissances de base sur la répartition et le comportement temporel des aérosols dans les zones propres, en présence de sources d'émission (enceinte en activité). La stratégie de prélèvement en reste floue.
- On sait prendre en compte les erreurs statistiques de comptage, mais les erreurs purement expérimentales (par exemple : les pertes dans les tuyaux de prélèvement – Bernard THAVEAU, Congrès ContaminExpert 2015 « *Estimation théorique et évaluation expérimentale des pertes par dépôt des particules de 5  $\mu\text{m}$  dans les lignes de prélèvement* ») sont difficiles à estimer, ce qui fragilise beaucoup l'exercice de comparaison des résultats expérimentaux aux valeurs limites de la classification. Ces problèmes sont traités dans les versions D et E, puis sont repris et développés dans l'ISO 14644-1 et 3.

Du côté des conditions de mesurage des poussières, en supposant que les compteurs sont correctement étalonnés et que leur rendement de comptage au dessous de 1  $\mu\text{m}$  est connu (pour corriger les résultats expérimentaux), il reste à effectuer un prélèvement représentatif et à le transporter avec un minimum de pertes vers la cellule optique. Ces problèmes ayant été largement traités en physique des aérosols, on donne, dans ISO 14644-3, les règles à appliquer pour prélever et transporter – B-1-3-, et on renvoie au Federal Standard 209E pour les formules de correction à utiliser (voir également article de Bernard THAVEAU, revue Salles

Propres & maîtrise de la contamination : n°46-Février 2006, « *Compteur optique de particules, Les précautions à prendre* »).

L'interprétation des résultats de mesurage des concentrations consiste d'abord à classer la salle étudiée par comparaison avec les valeurs limites de la classification. Comparer des résultats à des valeurs limites est un exercice classique en métrologie. Il nécessite, en principe, de connaître toutes les erreurs expérimentales liées au mesurage. Dans notre cas, c'est un sujet à explorer.

Lorsque les comptages individuels deviennent faibles ou lorsque le nombre des points de prélèvement dans la salle est limité, les incertitudes statistiques (qui ne dépendent en aucune façon de l'instrumentation) deviennent significatives devant les erreurs de mesurage.

Avec l'apparition de classes de propreté toujours plus exigeantes, il a fallu traiter ce problème, et c'est dans la version 209D que l'on donne la procédure de calcul à appliquer aux résultats expérimentaux. Même si elle apparaît un peu complexe au non-statisticien, il s'agit d'une méthode classique de calcul de l'incertitude sur une moyenne dont on admet qu'elle est distribuée suivant une loi de « Student ». La moyenne des comptages pour une taille particulière, accompagnée de sa fourchette d'incertitude est comparée à la valeur limite correspondante.

Mais il restait un problème pratique dans le cas des classes ISO 1 à 4. En effet, la nécessité de compter au moins 20 particules par échantillon mène à des temps de prélèvement parfois excessivement longs. Le Federal Standard 209E et sa traduction dans l'annexe F de l'ISO 14644-1 propose une solution originale: l'échantillonnage progressif. C'est une méthode statistique, plutôt raffinée, qui a été mise au point et utilisée, à partir de 1940, par l'armée américaine pour des contrôles de qualité des composants de matériel militaire. Elle a été adaptée au cas des comptages arrivant à des temps aléatoires par D.W. Cooper, et proposée dans un article d'octobre 1990 du « journal of the institute of environmental science ». En simplifiant, on dispose de tables qui donnent, pour un empoussiérage égal à la limite de classe, les temps minimal et maximal dans la plage desquels on doit observer le comptage cumulé n (n compris entre 1 et 20). Si le comptage réellement observé sort de ces limites, on peut donc conclure avant d'avoir prélevé 20 particules.

Dans le domaine de la contamination particulière, **la norme ISO 14644 avec ses 10 parties** représente un riche ensemble qui n'a pas été mis complètement en pratique dans nos industries. Il faudra donc encore attendre avant d'en mesurer les bienfaits. Mais, l'industrie européenne ne prend guère de risque. Car, l'ensemble des prescriptions que comporte la norme ont déjà été validées sur le terrain par les différentes versions du Federal Standard 209. Toutefois le dossier n'est pas définitivement clos. D'une part, les progrès industriels obligent à aller plus loin dans la propreté et la pureté. D'autre part, certains manques -voir ceux signalés ci-dessus- devront être progressivement comblés. L'ISO 14644 n'est pas encore tout à fait dans sa version finale !