

中华人民共和国国家标准

GB/T 25915.10—2021/ISO 14644-10:2013

洁净室及相关受控环境 第 10 部分: 按化学物浓度划分表面洁净度等级

Cleanrooms and associated controlled environments— Part 10: Classification of surface cleanliness by chemical concentration

(ISO 14644-10:2013, IDT)

2021-08-20 发布 2022-03-01 实施

目 次

前		\prod
引	=	IV
1	范围	• 1
2	规范性引用文件	• 1
3	术语和定义	• 1
4	分级	. 2
5	化学污染的表面洁净度检测/测量、监测及符合性证明	• 4
附	₹ A (资料性) 表面化学物各种浓度的换算 ····································	• 6
附	₹ B (资料性) 影响测试与结果的因素 ······	12
附表	₹ C (资料性) 洁净度评定的基本要素 ······	13
附表	₹ D (资料性) 按化学物浓度测试表面洁净度的方法 ······	14
附表	₹ E (资料性) 测试报告 ······	23
参	6文献 ·······	24

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 25915《洁净室及相关受控环境》的第 10 部分。GB/T 25915 已经发布了以下部分:

- ——第1部分:按粒子浓度划分空气洁净度等级;
- ——第2部分:洁净室空气粒子浓度的监测;
- ——第3部分:检测方法;
- ——第4部分:设计、建造、启动;
- ----第5部分:运行;
- ----第 6 部分:词汇;
- ——第7部分:隔离装置(洁净风罩、手套箱、隔离器、微环境);
- ——第8部分:按化学物浓度划分空气洁净度(ACC)等级;
- ——第9部分:按粒子浓度划分表面洁净度等级;
- ——第 10 部分:按化学物浓度划分表面洁净度等级;
- ——第12部分:监测空气中纳米粒子浓度的技术要求。

本文件等同采用 ISO 14644-10:2013《洁净室及相关受控环境 第 10 部分:按化学物浓度划分表面 洁净度等级》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国洁净室及相关受控环境标准化技术委员会(SAC/TC 319)提出并归口。

本文件起草单位:中国工程物理研究院激光聚变研究中心、深圳市吉隆洁净技术有限公司、苏州市 计量测试院、中国电子系统工程第二建设有限公司、苏州宏远净化技术有限公司、陕西中电精泰电子工 程有限公司、苏州安泰空气技术有限公司、烟台宝源净化有限公司、深圳市丽风净化工程有限公司、中国 标准化协会、中国合格评定国家认可中心、上海市室内环境净化行业协会、上海风神环境设备工程有限 公司、无锡汉佳医疗科技有限公司、上海浩泽诺瑞空气净化科技有限公司、茂盟(上海)工程技术股份有 限公司。

本文件主要起草人:袁晓东、黄吉辉、张秀春、侯忆、孙玉澄、苗心向、范国锋、施红平、王大千、 邴绍同、金真、童广才、夏薇佳、吕海兵、王芳、崔艳、杨云涛、陈汉青、闫彩萍、陈晶晶、袁有华、陶清宝。

引 言

GB/T 25915 是采用 ISO 14644 系列国际标准,各部分设置与国际标准保持一致,拟由 15 个部分构成。

- ——第1部分:按粒子浓度划分空气洁净度等级。目的是区分粒子污染程度。
- ——第2部分: 洁净室空气粒子浓度的监测。目的是指导监测粒子污染,以避免可能产生的污染风险。
- ——第3部分:检测方法。目的是指导对洁净室内各种污染和相关环境要素的检测。
- ——第 4 部分:设计、建造、启动。目的是指导洁净室的设计、建造、启动。
- ——第5部分:运行。目的是指导洁净室的运行。
- 一一第6部分:词汇。目的是统一规范技术术语。
- ——第7部分:隔离装置(洁净风罩、手套箱、隔离器、微环境)。目的是提出洁净室用隔离装置的基本要求。
- ——第8部分:按化学物浓度划分空气洁净度(ACC)等级。目的是区分空气化学污染程度。
- ——第9部分:按粒子浓度划分表面洁净度等级。目的是区分表面粒子污染程度。
- ——第 10 部分:按化学物浓度划分表面洁净度等级。目的是区分表面化学污染程度。
- ——第 12 部分: 监测空气中纳米粒子浓度的技术要求。目的是提出纳米级别的粒子污染的检测要求。
- ——第 13 部分:达到粒子和化合洁净度要求的表面清洁。目的是提出洁净室内表面的清洁要求以避免可能产生的粒子和化学污染的风险。
- ——第 14 部分:按粒子污染浓度评估设备适用性。目的是通过对相关设备可能在洁净室产生粒子 污染的测试,确定设备的适合性。
- ——第 15 部分:按化学污染物浓度评定设备及材料的适合性。目的是通过对相关设备可能在洁净 室产生化学污染的测试,确定设备的适合性。
- ——第16部分:提高洁净室和空气净化装置能效。目的是节约洁净室运行的能源消耗。

本文件以第8部分为基础,进一步确定表面分子态污染物的分级方法。由于分子态污染物通常情况下以多种形态(包括分子、离子、原子、颗粒物等)存在于被污染元件表面,很难用尺寸和数量来表征,本文件采用单位面积上污染物的质量作为划分表面洁净度的依据。同时,考虑到某些应用领域对分子态污染非常敏感,允许的表面污染物的量非常小,因此对于极低的浓度采用了单位面积上的分子、原子、离子的数量来表示,同时给出了原子浓度的换算公式。

洁净室及相关受控环境 第 10 部分: 按化学物浓度划分表面洁净度等级

1 范围

本文件定义了洁净室中有关化合物或化学物质(包括分子、离子、原子、颗粒物)存在情况的表面洁净度分级系统。

本文件适用于洁净室及相关受控环境中所有表面,如墙面、顶棚、地面、工作环境、工具、设备和装置。

注 1: 本文件仅考虑微粒子的化学性质,未考虑微粒子的物理性质。本文件不包括污染物与表面之间的相互作用。

注 2: 本文件不涉及污染产生的过程,不涉及与时间有关的影响因素(沉降、沉积、老化等)以及与过程有关的活动 (如转移、处理等),也不涉及为确保符合性的统计质量控制技术指南。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 25915.6 洁净室及相关受控环境 第 6 部分:词汇(GB/T 25915—2010,ISO14644-6:2007,IDT)

注: ISO 14644-6:2007 已废止,我国仍保留与之对应的国家标准。

3 术语和定义

GB/T 25915.6 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

按化学物浓度划分空气洁净度 air cleanliness by chemical concentration; ACC

给定的某种或某组化学物质最大允许浓度,用 ISO-ACC N 级表示,单位为克每立方米 (g/m^3) 。 注:本定义不包括生物大分子,生物大分子视为微粒子。

3.2

污染物类别 contaminant category

沉积在关注表面时有特定和类似危害的一组化合物的统称。

3.3

化学污染 chemical contamination

对产品、工艺或设备有害的化学物质(非微粒子)。

3.4

固体表面 solid surface

固相与另一相之间的界面。

3.5

表面 surface

两相之间的界面。

注:通常其中一相为固相,另一相为气相、液相或其他固相。

3.6

接化学物浓度划分表面洁净度 surface cleanliness by chemical concentration;SCC 以化学物浓度所表示的表面洁净度状况。

3.7

按化学物浓度划分表面洁净度等级 surface cleanliness by chemical concentration class

 $N_{
m SCC}$

以克每平方米(g/m²)为单位的表面化学物浓度的常用对数(以 10 为底)。

4 分级

4.1 洁净室及相关受控环境表面洁净度分级原理

应使用分级标识说明等级。该标识为"ISO-SCC",它描述了一个表面上允许的某种化学物质或某组化学物质的最大总化学物质浓度,SCC 分级依据公式(1)计算的、以克每平方米(g/m^2)表示的表面化学物的浓度。为了计算等级,所有其他单位都应转换为克每平方米(g/m^2)。在需要对特定低浓度情况予以说明时,表面化学物最大允许浓度可用公式(2)表示为每平方厘米原子数量 ISO-SCC atomic。

4.2 按化学物浓度划分表面洁净度等级

SCC 等级应使用分级数 $N_{\rm scc}$ 表示。 $N_{\rm scc}$ 是以克每平方米(g/m^2)为单位的 $C_{\rm scc}$ 浓度的常用对数指标。SCC 等级应总是与其所关联的某种化学物质或某组化学物质同时标出。可以规定非整数浓度 $N_{\rm scc}$ 级别,但只能保留一位小数。可根据公式(1)用 $N_{\rm scc}$ 确定 $C_{\rm scc}$ 。

故, $N_{SCC} = \log_{10} C_{SCC}$ 。

 $C_{\rm scc}$ 为以克每平方米 (g/m^2) 为单位的某种或某组化学物质的最大允许浓度。测得的表面化学物浓度应不超过 SCC 的最大允许浓度。 $C_{\rm scc}$ 满足需方和供方预先商定的 SCC。

在各种情况下,Nscc级别数字应包括负号。

注 1: SCC 级别数字只有与标示符(见 4.3)一起使用时才有效。

注 2: 将质量浓度(g/m²)换算为数量浓度(单位面积的原子数、分子数、离子数),见 4.4。

表 1 和图 1 给出了表面化学物浓度与 ISO-SCC 级别之间的对应关系。

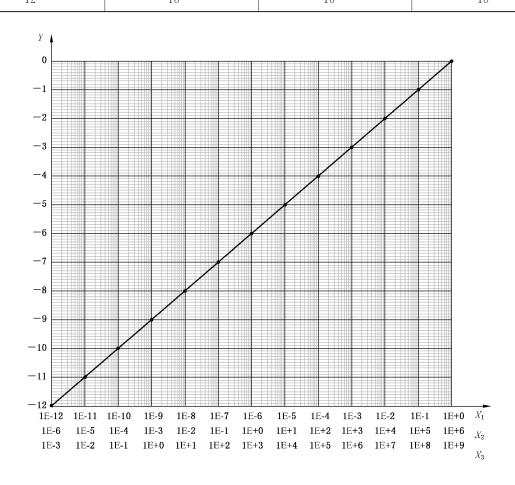
附录B列出的、对分级有影响的一些因素也应予以注意。

表 1 ISO-SCC 级别

ISO-SCC 等级	浓度 g/m²	浓度 µg/m²	浓度 ng/m²
0	10°	106	10°
-1	10^{-1}	10^{5}	10^{8}
-2	10-2	10^{4}	10^{7}
-3	10-3	10^{3}	10^{6}
-4	10-4	10^{2}	10^{5}
-5	10^{-5}	10^{1}	10^4
-6	10^{-6}	10°	10^{3}

ISO-SCC 等级	浓度 g/m²	浓度 μg/m²	浓度 ng/m²
-7	10^{-7}	10^{-1}	10^{2}
-8	10-8	10-2	10^{1}
-9	10^{-9}	10-3	10°
-10	10^{-10}	10-4	10 ⁻¹
-11	10^{-11}	10 ⁻⁵	10^{-2}
-12	10^{-12}	10^{-6}	10^{-3}

表 1 ISO-SCC 级别 (续)



 X_1 ——表面质量浓度,单位为克每平方米(g/m²);

 X_2 ——表面质量浓度,单位为微克每平方米($\mu g/cm^2$);

 X_3 ——表面质量浓度,单位为纳克每平方米 (ng/cm^2) ;

Y ——ISO-SCC 等级。

图 1 ISO-SCC 级别所对应的浓度

4.3 ISO-SCC 标识

SCC 级别数字只有与标明某种或某组化学物质的标识符一起使用才有效。ISO-SCC 标识符表示

GB/T 25915.10—2021/ISO 14644-10:2013

为 ISO-SCC N(X),其中 X 是某种化学物质或某组化学物质。

示例 1:表面污染物 N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)实测浓度为 9.8 E-7 g/m²。该值未超过-6 级的等级限值(1 E-6 g/m²),标识为"ISO-SCC-6(NMP)"。

示例 2:表面总有机化合物(TOC)实测值为 6 E-5 g/m²。该值未超过-4 级的等级限值(1 E-4 g/m²),标识为"ISO-SCC-4(TOC)"。

4.4 物质换算为表面原子浓度

对于很低的浓度通常测量表面上的分子、原子、离子的数量,以单位面积 $(1/m^2)$ 数量表示。为了分级,宜将表面数量浓度转换为单位面积上的质量浓度 (g/m^2) ,用公式(2)转换。

式中:

 C_{SCC} ——表面质量浓度,单位为克每平方米(g/m²);

M ——原子、分子、离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

 $C_{\text{SCC number}}$ ——数量浓度,即单位面积分子、原子、离子的数量,单位为每平方米 $(1/\text{m}^2)$;

 N_a ——阿伏加德罗常量,其值为 6.02×10^{23} /mol。

附录 A 中的图 A.4 列出了常见物质表面化学物浓度 (g/m^2) 与表面原子浓度 $(原子数/m^2)$ 之间的关系。

5 化学污染的表面洁净度检测/测量、监测及符合性证明

5.1 洁净度评定标准

附录 D 中的图 D.2 说明了测量不同种类污染物所用的不同采样和测量方法。

为证明符合性所做的测试应在分级环境中进行,环境空气中的化学污染物和悬浮颗粒对分级无不良影响。全部测试都应使用合适的测量方法及经过校准的仪器。环境、测量方法、仪器应由供需双方商定。

附录 C 讨论了附加的测试基本要点,附录 D 详细说明了证明符合性的测量方法。

常用测量方法的目录并不完全。供需双方可商定准确度具可比性的替代方法。

不同的测量方法,即使都正确使用,也可产生同等效力的不同结果。

宜将重复测量结果作为统计的一部分。

测量高水平的洁净度时,可能发生浓度突然增高这类的特定问题。这时就需要特殊的质量控制方法,其说明见图 D.4。

静电荷会增加化学物在表面的沉降,因此,宜在测试区周围采取预防措施减少静电荷。如果待测试 表面既非导体又没有接地或电中和处理,容易产生静电荷,可能影响测量结果。

按化学物浓度测试表面洁净度的常用测量方法见附录 D。

5.2 文件和报告

5.2.1 原则

通过进行测量,提供测量结果和条件的文档记录,验证需方规定的化学浓度等级要求的表面清洁度的符合性。符合性的详细信息应由供需双方提前商定。

5.2.2 测试

符合性证明测试应使用合适的测量方法及校准仪器。

附录 D 详细说明了符合性证明的测量方法,所列的常用方法并不完全。测试环境应由供需双方商定。双方还可商定准确度具有可比性的替代方法。

不同的测量方法,即使都正确使用,也可产生同等效力的不同结果。

宜采用重复测量。

测试环境宜由供需双方商定。

5.2.3 测试报告

应记录并以综合性报告的形式提交每块表面的测试结果,还应说明与规定的 SCC 级别相符或不符。测试报告至少应包括下列各项:

- a) 测试机构的名称和地址;
- b) 实施测试人员的姓名;
- c) 测量环境;
- d) 采样日期、时间、时长;
- e) 测量时间;
- f) 本文件编号,如 GB/T 25915.10—2021;
- g) 对被测表面所在位置的明确说明,以及表面的具体坐标(适用时);
- h) 以 SCC N 级标识出的、按化学物浓度划分的表面洁净度级别:
- i) 供需双方商定的洁净表面的验收标准;
- j) 所规定的测量方法、仪器分辨率及检测限;
- k) 详细说明所用的测试程序,如有偏离(商定)需具体说明;
- 1) 所用仪器的说明以及有效的校准证书;
- m) 测量次数;
- n) 测试结果,包括所有需测量物质的化学物浓度;
- o) 表面的状况,如最终清洁以后,包装之前或之后,所需包装的类型和质量协议。

附录 E 中列举了一种测试报告的编写示例,测试报告中也可列出经供需双方同意的其他变动内容。

附 录 A (资料性) 表面化学物各种浓度的换算

A.1 概述

除表面质量浓度 (g/m^2) 外,还有其他一些表示某种或某组有机化合物表面数量浓度的单位,如单位面积有机分子数 $(分子数/m^2)$,或单位面积有机化合物碳原子数 $(原子数 C/m^2)$ 。

A.2 示例

表 A.1 至表 A.3 以庚烷、十六烷、(2-Z基己基)邻苯二甲酸酯为例,分别说明了表面数量浓度的不同单位(分子数/ m^2 或原子数 C/m^2)如何转换为以碳(g C/m^2)或整个化合物(g/m^2)表示的表面质量浓度。

表 A.1 庚烷(C_7H_{16} , CAS 号 142-82-5)表面质量浓度单位(g/m^2)与表面数量浓度单位 (分子数 $/m^2$ 、原子数 C/m^2)的关系

浓度	符号	单位	$M = 100.2$, $N_c = 7$				
(水)及	111 5	平位	示例 1	示例 2	示例3	示例 4	
表面分子数量浓度	C 分子	分子数/m²	1.00E+19	1.42E+18	7.16E+16	6.,01E+16	
以碳表示的表面数量浓度	C 碳_数量	原子数 C/m²	7.00E+19	1.00E+19	5.00E+17	4.19E+17	
以碳表示的表面质量浓度	$C_{\rm f wf g}$	g C/m²	1.39E-3	1.98E-4	1.00E-4	8.39E-6	
表面质量浓度	$C_{ m SCC}$	g/m²	1.66E-3	2.36E-4	1.19E-4	1.00E-6	

表 A.2 十六烷($C_{17}H_{34}$, CAS 号 544-76-3)表面质量浓度单位(g/m^2)与表面数量浓度单位 (分子数 $/m^2$ 、原子数 C/m^2)的关系

浓度	符号	单位	$M = 226.4$, $N_c = 17$				
(水)及	10.2	平 世	示例 1	示例 2	示例 3	示例 4	
表面分子数量浓度	C 分子	分子数/m²	1.00E+19	6.20E+18	3.12E+16	2.60E+16	
以碳表示的表面数量浓度	$C_{\mathfrak{K}_{-}\mathfrak{A}^{\pm}}$	原子数 C/m²	1.59E+20	1.00E+19	5.00E+17	4.20E+17	
以碳表示的表面质量浓度	$C_{\overline{w}_{-}\overline{\mathbb{D}}}$	g C/m²	3.19E-3	2.00E-4	1.00E-4	8.49E-6	
表面质量浓度	$C_{ m SCC}$	g/m^2	3.77E-3	2.35E-4	1.17E-4	1.00E-4	

表 A.3 (2-乙基己)邻苯二甲酸酯($C_{24}H_{38}O_4$, CAS 号 117-81-7)表面质量浓度单位(g/m^2) 与表面数量浓度单位(分子数/ m^2 、原子数 C/m^2)的关系

浓度	符号	公	$M = 390.6$, $N_c = 24$				
(化)及	147-5	单位 	示例 1	示例 2	示例3	示例 4	
表面分子数量浓度	C 分子	分子数/m²	1.00E+19	4.20E+18	2.00E+16	1.50E+16	
以碳表示的表面数量浓度	$C_{ m w_{-}}$ 数量	原子数 C/m²	2.39E+20	1.00E+19	4.89E+17	3.60E+17	
以碳表示的表面质量浓度	C 碳_质量	g C/m²	4.89E-3	2.04E-4	1.00E-4	7.37E-6	
表面质量浓度	$C_{ m SCC}$	g/m^2	6.62E-3	2.76E-4	1.35E-4	1.00E-4	

每个表面数量浓度均可按公式(A.1)~公式(A.3)转换为原表面质量浓度:

$$C_{\text{SCC}}[g/\text{m}^2] = C_{\mathcal{H}}[\mathcal{H}] \times \frac{M[g/\text{mol}]}{N_a[\mathcal{H}]} \cdots (A.1)$$

$$C_{\text{SCC}}[g/\text{m}^2] = \frac{C_{\mathcal{W}}_{\underline{w}\underline{w}}[\text{原子数 C/m}^2]}{N_c[\text{原子数 C/}\mathcal{H}]} \times \frac{M[g/\text{mol}]}{N_a[\mathcal{H}]} \cdots (A.2)$$

$$C_{\text{SCC}}[g/\text{m}^2] = \frac{C_{\mathcal{W}}_{\underline{w}\underline{w}}[g \text{ C/m}^2]/M_c[g/\text{mol}]}{N_c[\text{原子数 C/}\mathcal{H}]} \times M[g/\text{mol}] \cdots (A.3)$$

式中:

N。——所关注有机化合物含碳原子数;

 M_{c} ——碳的摩尔质量;

表 A.4 列出了依据 Langmuir-Blodgett(LB) 膜以不同单位表示的常见有机物表面数量浓度。由公式(A.4)可导出表面数量浓度:

$$C_{\text{SCC LB}} [g/m^2] = (M/N_a)^{1/3} d^{2/3}$$
 (A.4)

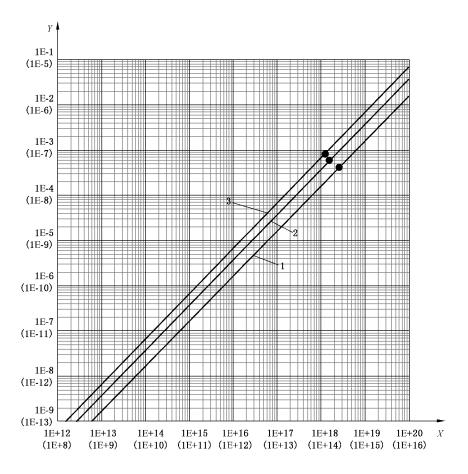
式中:

d——有机化合物浓度,单位为克每立方米(g/m³)。

表 A.4 依据 LB 膜的单层浓度

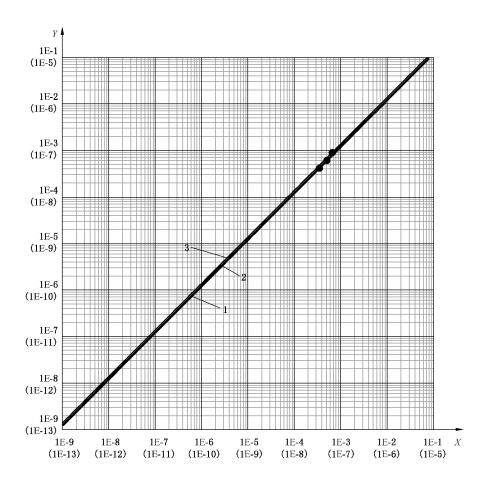
浓度	庚烷(C ₇ H ₁₆ O ₄), CAS 号 142-82-5	十六烷(C ₇ H ₃₄), CAS 号 544-76-3	(2-乙基己基)邻苯二甲 酸酯(C ₂₄ H ₃₈ O ₄), CAS 号 117-817-7
表面分子数量浓度	2.55E+18	1.62E+18	1.34E+18
以碳表示的表面数量浓度	1.79E+19	2.59E+19	3.21E+19
以碳表示的表面质量浓度	3.56E-4	5.18E-4	6.56E-4
表面质量浓度	4.24E-4	6.10E-4	8.88E-4

图 A.1~图 A.4 分别说明如何将表面数量浓度单位(分子数/m² 或原子数 C/m^2)换算为以碳(g C/m^2)或整个化合物(g/m^2)表示的表面质量浓度单位。



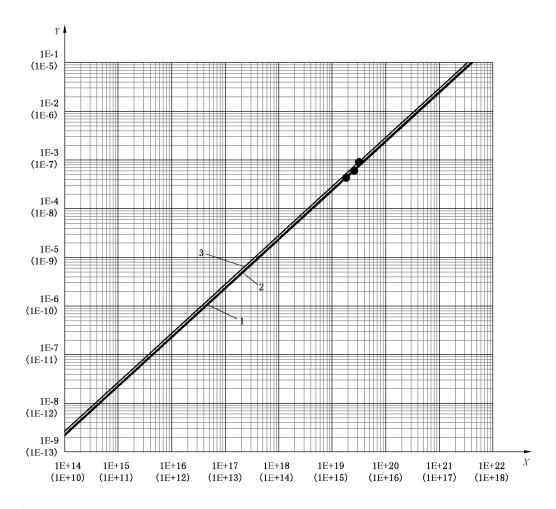
- X ——表面分子浓度,单位为分子数每平方米(分子数/ m^2)或分子数每平方厘米(分子数/ cm^2);
- $Y \longrightarrow$ 表面质量浓度,单位为克每平方米 (g/m^2) 或克每平方厘米 (g/cm^2) ;
- ——单层 LB 膜对应的表面浓度;
- 1 ──庚烷(C₇H₁₆),CAS 号 142-82-5;
- 2 ——十六烷(C₁₇ H₃₄),CAS 号 544-76-3;
- 3 ——(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯(C₂₄ H₃₈ O₄),CAS 号 117-817-7。

图 A.1 常见有机物表面质量浓度单位 (g/m^2) 与表面分子浓度单位 $(分子数/m^2)$ 之间的关系



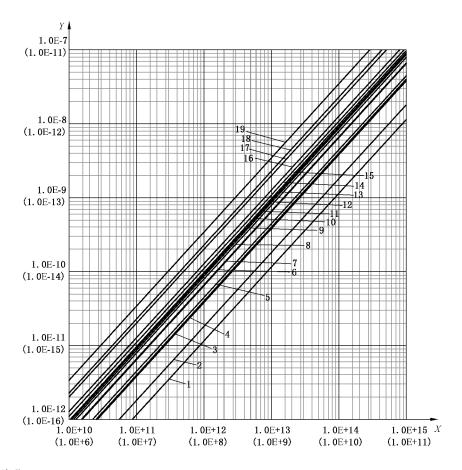
- X ——以碳质量表示的表面原子浓度,单位为克(碳)每平方米(g C/m^2),或克(碳)每平方厘米(g C/cm^2);
- Y ——表面质量浓度,单位为克每平方米(g/m²)或克每平方厘米(g/cm²);
- ——单层 LB 膜对应的表面浓度;
- 1 ──庚烷(C₇ H₁₆),CAS 号 142-82-5;
- 2 ——十六烷(C₁₇ H₃₄),CAS 号 544-76-3;
- 3 ——(2-乙基己基)邻苯二甲基酯(C₂₄ H₃₈ O₄), CAS 号 117-817-7。

图 A.2 以碳质量表示的常见有机物表面质量浓度单位与表面原子浓度单位之间的关系



- X ——以碳原子数量表示的表面原子浓度,单位为原子数(碳)每平方米(原子数 C/m^2)或原子数(碳)每平方厘米 (原子数 C/cm^2);
- Y ——表面浓度,单位为克每平方米(g/m²)或克每平方厘米(g/cm²);
- ——单层 LB 膜对应的表面浓度;
- 1 ──庚烷(C₇ H₁₆),CAS 号 142-82-5;
- 2 ——十六烷(C₁₇ H₃₄),CAS 号 544-76-3;
- 3 ——(2-乙基己基)邻苯二甲基酯(C24 H38 O4), CAS 号 117-817-7。

图 A.3 以碳原子数量表示的常见有机物表面质量浓度单位 (g/m^2) 与表面原子浓度 $(原子数 \ C/m^2)$ 之间的关系



X ——以原子数量表示的表面原子浓度,单位为原子数每平方米(原子数/ m^2)或原子数每平方厘米(原子数/ cm^2);

Y ——表面浓度,单位为克每平方米(g/m²)或克每平方厘米(g/cm²);

1 —— Li(M=6.9);	8 - Ti(M=47.8);	15 — $Z_n(M=65.4);$
2 - B(M=10.8);	9 - Cr(M = 52.0);	16— $As(M=74.9);$
3 - Na(M = 23.0);	10— $Mn(M=54.9);$	17— $Sn(M=118.7);$
4 - Mg(M=24.3);	11—Fe(M=55.9);	18—Ba(M=137.33);
5 - Al(M = 27.0);	12— $Co(M=58.9);$	19 - Pb(M = 207.2).
6 ——K(M=39.1);	13 - Ni(M = 58.7);	
7 - Ca(M=40.1);	14—Cu(M=63.4);	

图 A.4 以原子数量表示的常见物质表面质量浓度单位 (g/m^2) 与表面原子浓度 (原子数 $/m^2$)之间的关系

附 录 B (资料性)

影响测试与结果的因素

B.1 因素

影响测试与测试结果的因素包括:

- a) 实施采样或测试人员的技能水平;
- b) 测试实验室的可靠性、重复性、能力水平;
- c) 样本罐、器具、测试设备的洁净度水平;
- d) 输送样本用的包装的洁净度水平;
- e) 采集、测量样本使用商定的采样、对照、差错管理规程(见图 D.3)。
- f) 未经许可打开样本;
- g) 在受控环境外打开样本;
- h) 将化学物质从其基底上剥落下来所用化学物或水的质量;
- i) 在采样、输送或测试过程中分析物的损失;
- j) 测试加热过程中因解吸或热分解造成的分析物损失或变化;
- k) 未能持续重新校准测试设备或未对不寻常数据偏移(突变)进行调查;
- 1) 样本面积的测量或计算有误。

B.2 提示

B.1 所列并不全面。

附 录 C (资料性) 洁净度评定的基本要素

C.1 要素

评定开始前与评定过程中应设定、商定并控制下列要素:

- a) 表面湿润性,即亲水或疏水;
- b) 目标材料所用的某种或某组物质;
- c) 目标过程关注的某种或某组物质;
- d) 维护过程中所用的某种或某组物质;
- e) 在洁净室内外空气中所发现的某种或某组物质;
- f) 存在某种常见化学物/分子的问题或特定产品的问题;
- g) 待测某种或某组物质;
- h) 采样期间空气的特性、体积、风速;
- i) 采样期间的气味探测(宜有预防吸入的措施);
- j) 采样期间的空气温度、相对湿度、气压;
- k) SCC 测量前的可视检测或 ACC 测量;
- 1) SCC 测量前的纳米微粒子测量;
- m) 所用的清洁材料或方法;
- n) 测量结果的预期水平;
- o) 所需仪器的类型;
- p) 代表了整个样本的关注点;
- q) 来自外部环境的污染;
- r) 测量过程或测量设备带来的二次污染;
- s) 测量位置上对静电放电和电瞬变的限制;
- t) 分级规定内的测量结果;
- u) 数据采集和测量过程中进行有效的质量控制。

C.2 提示

详细测量方法另见附录 D。

附 录 D (资料性) 按化学物浓度测试表面洁净度的方法

D.1 方法选择

D.1.1 概述

为获得表面洁净度的定量信息,应选择合适的测量方法。某些情况下无法判明表面的定量信息,但 至少可能获得定性信息。但定性信息不适用于按化学物浓度对表面洁净度分级。

D.1.2 测量分析示意图

图 D.1 为按化学物浓度分析表面洁净度的示意图。

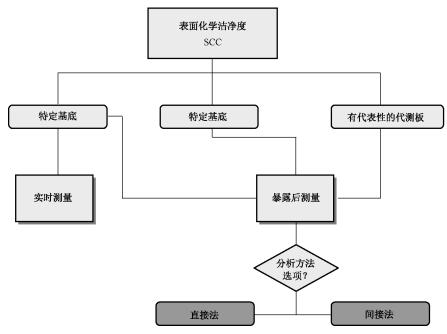
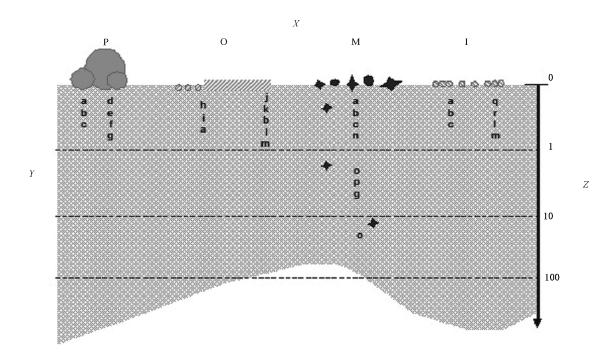


图 D.1 按化学物浓度分析表面洁净度的示意图

D.1.3 主要测量方法的一般应用范围

图 D.2 说明了如何测量不同类型污染物,以及适合于微粒子的测量方法。



- X ——表面化学污染;
- Y ——主要测量方法;
- Z ——探测深度,单位为纳米(nm);
- P ----颗粒;
- O ——有机物;
- M ——金属;
- I ——离子,即酸和碱;
- a ——飞行时间二次离子质谱法(TOF-SIMS);
- b ——X 射线光电子能谱法;
- c ——俄歇电子能谱法(AES);
- d ——扫描电子显微镜(SEM);
- e ——SEM-EDX 射线能谱法(SEM-EDX);
- f ----SEM-WDX 射线波谱法(SEM-WDX);
- g ——全反射 X 射线荧光光谱法(TXRF);
- h ——热脱附-气相色谱/质谱法(TD-GC/MS);
- i ——TD-离子迁移谱法/MS(TD-IMS/MS);
- j ——傅里叶变换红外光谱法(FTIR);
- k ——层间多次反射-FTIR(MIR-FTIR);
- 1 ——石英晶体微天平(QCM);
- m ---表面声波法(SAW);
- n ——气相分解-电感耦合等离子体法/MS(VPD-ICP/MS);
- o ——二次离子质谱法(SIMS);
- p ——气相分解-TXRF(VPD-TXRF);
- q ——溶剂萃取-离子色谱法/MS(SE-IC/MS);
- r ——SE-高效液相色谱法(SE-HPLC)。

图 D.2 主要测量方法适用范围

D.2 按化学物浓度测量表面洁净度

D.2.1 概述

化学污染一经测量,即可按化学物浓度为表面洁净度分级。

作为表面洁净度评估和分级的可测量、可定量标准,宜确定所附着的全部化学物的量和种类。

D.2.2 测量方法规定

按待测表面的特征和特性选择测量方法。要点如下:

- a) 有关化学性质及化学耐受性方面的信息(例如材料、浓度);
- b) 直接测量的位置(直接实时测量仪,如 SAW 仪);
- c) 间接测量的位置(间接分析测量仪,如 SEM 样本托);
- d) 测试速度及测试工作量(即:使用随机采样或系列测试);
- e) 灵活性(即:该方法是否可快速地应用于不同部件的各种表面);
- f) 测试过程对表面没有或有极少改变(即:受测表面被清洗液润湿后没有变化)。

根据 D.2.2 中要点 a)至 f),D.2.3 中描述的测量方法能够针对每种应用进行分类和限定。

D.2.3 直接和间接测量法

D.2.3.1 概述

按化学物浓度对表面洁净度进行评定时,最好是用选定的测量仪对表面进行测量。原则上可使用下列方法测量表面洁净度:

- a) 直接法;
- b) 间接法,也可包括预处理方法。
- 一般优先考虑无需预处理的直接法。直接法的测量工作一般都较容易,差错也较少,其给出的结果 比间接法更具再现性。然而,因部件的原因或因复杂件采样的可行性问题,间接法常常是测定表面化学 物浓度的唯一选择。

D.2.3.2 采集方法

所关注的化学污染采样,可用下列方法之一:

- a) 全样本:将受到污染的整个样本送检;
- b) 沉降样本:来自暴露位置附近的代测片或代测晶圆片;
- c) 提取样本:使用预先测定污染程度的棉签、手术刀或胶带等物理工具,或使用溶剂,从材料、台面、设备上采集、提取样本。

D.2.3.3 剥离方法

可按图 D.3 使用湿法或干法采集并分析"全样本"的污染程度。

沉降样本可采用相同的方法获取,用带表面活性剂的水溶液或用有机溶剂将污染物提取出,再将待分析物放入适当的测试系统进行间接测量。如采用"干法"进行评定,则将材料做成大小适当的切片,直接放入仪器测量。

第三种方法——提取样本,需要将污染物转移至可以直接放入仪器测量的胶带或 SEM 的样本托上。该方法使用低黏度胶,将胶带或样本托置于受测表面上,使其紧紧地接触薄膜。然后将胶带或样本托置于洁净、密封的运输袋内运至实验室。当拿取样本时,要使用无析出物的洁净室手套。根据所使用的提取方法及污染物的形式,可将物理采集的样本直接放入分析仪,也可采用化学方法或热方法再对其

进行制备。

D.2.4 测试样本的包装

D.2.4.1 化学分析样本的包装

不在原位进行 SCC 评定的样本,宜按下述方式包装:

- a) 官穿着适官的洁净服在原位区域进行样本准备;
- b) 宜穿戴新的或经洗涤的丁腈橡胶或乳胶洁净室手套,并使用镊子或真空获取法提取、处置 样本:
- c) 若已使用了清洁工艺,宜将样本冷却、干燥,然后用洁净铝箔包裹;
- d) 样本放入洁净室口袋之前,每个样本宜用铝箔单独包装;
- e) 宜使用洁净室内生产的、具有详尽化学测试证书的聚乙烯袋,其厚度至少为 80 μm,以防撕裂;
- f) 宜使用规定的胶带将袋子密封,袋子外面宜附有标识,还有文字说明,以防在受控环境外打开袋子;
- g) 然后宜在第一个袋子外面使用第二个洁净室袋子进行包装,以防颗粒污染物。

D.2.4.2 拆除包装

- a) 宜在即将进入受控环境时,拆除外袋;
- b) 进入受控环境前,不宜拆除内袋。
- c) 处置内袋时,宜穿着全套洁净服,包括头罩和面罩;
- d) 检测样本时,宜穿戴新的或经洗涤的丁腈橡胶或乳胶手套。

D.2.5 预处理方法

在直接测量法不适用的情况下,可另外使用表面细化技术,以便在测量前保护样本。另见图 D.3。 预处理方法的实例。

- a) 场离子束(FIB)显微法:一种前期准备技术。该技术使用一离子束在样本上生成一横截面,然后用扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)或扫描透射电镜(STEM)等高分辨率显微镜分析样本。
- b) 热脱附(TD)能谱:污染物因热蒸发形成气态物质,然后采用受控的分析方法进行分析。派生出的方法包括:
 - ——TD-GC/MS:用于无机的和金属的表面,使用气相色谱和质谱进行最终分析;
 - ——TD-QMS:使用热脱附并使用四极质谱仪测量离子密度;
 - ——TD-API-MS:使用热脱附原子压力电离质谱仪;
 - ——晶圆热脱附(WTD):用于半导体晶圆片。
- c) 溶剂萃取(SE):使用合适的溶剂溶解表面污染物,生成一种测试液,再用下列湿法微量分析法 之一进行分析;
 - ——溶剂溶解(SD):溶剂将污染物与基底基质一起溶解几纳米的深度,见 D.2.8;
 - ——气相分解(VPD):使用气态氢氟酸将污染物溶解并进行测试,见 D.2.8。

D.2.6 测试方法对比

下列表格仅具指导作用,它既不完整也不全面。表 D.1 列出了直接法,表 D.2 列出了可包括预处理的间接法。

D.2.7 直接法

综合方法:X/Y(例如,GC/MS)。其中 X 是拟采用的主要测量方法,其基本功能是色谱分离(定性)和测定(定量)。依据"X"的过程进行分级。"Y"描述附加功能,如质谱法对每个色谱峰值的灵敏度可用于补充定量分析。对"X"的进一步说明,也可标明定性时每个峰值的质量色谱图或质谱等信息。

表 D.1 直接法及其应用

方法	简称	原理	所获信息	灵敏度		率线性 度	量化分析	一般应用
俄歇电子能谱	AES	使用电子谱仪测 量表面所发射的 俄歇电子能量 分布	结构、成分	0.1 at%	<10 nm	20 nn	对标准材料 的半量化	表面污染物特性,多层结构
X 射线光 电子能谱 (也称为化 学分析电 子谱)	XPS(或 ESCA)	使用电子谱仪测量经 X 射线辐照表面所发出的光电子和俄歇电子的能量分布	量化的元素或氧化状态	0.1 at%	<10 nm	<10 nm	对标准材料的半量化	表面无机物、有机物或残留物的分析,薄膜成分的深度分析,氧化厚度测量(SiO ₂ 、Al ₂ O ₃),对功能性聚合物组的测定
二次离子质谱法	SIMS	用质谱法测量样 本受离子轰击后 所发射出的二次 离子的质荷比及 量度	元素,简单无 机分子	ppm∼ ppb	2 nm	30 nm	对标准材料的量化	表面、薄膜、多层 构造及界面的痕 量污染,测量薄 膜的成分和杂质
飞行时间 二次离子 质谱法	TOF-SIMS	用质谱法测量样 本受离子轰击后 所发射出的二次 离子的质荷比及 量度	元素和分子	ppm∼ ppb	< 5 nm	<0.2 μm	对标准材料 的半量化	对有机、无机物质的微量分析,表面直接质谱分析,离子表面成像
扫描电镜	SEM	使用聚焦扫描电 子束成像的高功 率显微镜	结构和形貌	不适用	不适用	不适用	不适用	微结构表面形态 学、粒径、氧化物 及污染物特性
能量色散 X 射线能谱法	SEM-EDX	使用固态冷却探测系统探测并测量 SEM 中电子与样品相互作用过程中所发射的 X 射线脉冲并进行能谱分析	元素,可与成 像工具(SEM、 TEM、STEM) 合并的	0.1%	≌1 μm	≌1 μm	是	元素微量分析

表 D.1 直接法及其应用(续)

	1) 41 (1) 14)36			1木	度		一般应用
TXRF	以 X 射线光谱 仪测量全反射条 件下初始 X 射 线辐照表面后发 出的 X 射线荧 光能量	量化的元素	10 ppb	1 nm	1 mm	对标准材料 的量化	未知样本中元素 的定性屏蔽,半 导体晶圆片的表 面金属污染,双 薄膜的成分比例
FTIR	测量红外吸收光谱,测量中使用光谱仪测量红外能量	化学键与分 子结构	1E-19 碳原 子/m²	0.1 μm~ 2.5 μm	10 μm~ 100 μm	按标准样量化	识别有机化合物、薄膜、颗粒、含粉末液体的分子构造,Si晶圆中O和H的量化,SiN晶圆中
MIR-FTIR	FTIR 的光学改 动版,小角度人 射的红外线在对 红外透明的棱镜 与基底的表面之间经多次反射以 提高探测效果	化学键与分 子结构	小于 1E-18 碳原 子/m²	0.1 μm~ 2.5 μm	10 μm~ 100 μm	按标准样量化	与上述表面类似
QCM	降低工作频率至 石英压电晶体质 量频率线性范围 之内,对气体凝 结作出反应的 装置	分子流量测量	ng/cm² ∼Hz	不适用	不适用	与浓度已知 的基准材料 的振动频率 对比	气态污染物在石 英探测器表面的 薄膜沉积
SAW	同上	分子流量测量	0.01 ng/ cm^2 $\sim \text{Hz}$	不适用	不适用	与浓度已知 的基准材料 的声波对比	气态污染物在探 测器基底的薄膜 沉积
AFM		形状及分子 大小					可视成像
SEM-WDX	在 SEM 相互作 用过程中,用锂 探测器测量被测 元素波长,查其 对应的原子序数 确定被测元素, 并做定量分析 (被测元素波长 大于锂元素)	单元分布可 与成像工具 (SEM、TEM、 STEM 等)相 结合					可视成像
	FTIR MIR-FTIR QCM SAW AFM SEM-WDX	### ### ### ### ### ### ### ### ### ##	### ### ### ### ### ### ### ### ### ##	### ### ### ### ### ### ### ### ### ##	线辐照表面后发出的 X 射线荧光能量 1E-19 碳原子/m² 0.1 μm~2 2.5 μm MIR-FTIR FTIR 的光学改动版,小角度人射的红外线在对红外透明的被随与基底的表面以提高探测效果 化学键与分子结构 小于 1E-18 碳原子/m² 0.1 μm~2 2.5 μm QCM PKE 电晶体质量频率线性范围之内,对气体凝结作出反应的装置 分子流量测量 0.0 ng/cm² ~Hz 不适用 SAW 同上 分子流量测量 cm² ~Hz 不适用 AFM 形状及分子大小 不适用 SEM-WDX 对应的原子序数 确定被测力元素,并做定量分析 (被测元素波长,专用、并做定量分析 (被测元素波长,大于锂元素) (SEM, TEM, STEM 等)相	数額照表面后发出的 X 射线荧光能量	### ### ### ### ### ### ### ### ### ##

D.2.8 间接法(预处理和测量)

间接测量法及其应用见表 D.2。

表 D.2 间接测量法及其应用

方法	缩写	原理	所获信息	典型灵敏度	典型量化分析应用	
热脱附气相色谱/质谱法	TD-GC/MS	基底表面的污染物被 热脱附并被浓缩至特 定的吸收塔中成为分 析物,然后将浓缩物 注入气相色谱/质谱 仪中	分子定量化	$10~{ m ng/m^2}$	按标准样进行量化	有机物的微量分析,硅晶圆片上污染物的评估(晶圆片热脱附GC/MS)
溶剂溶解-离子色谱/质谱法	SD-IC/MS	基底表面的污染物被溶解至适当的溶剂中,如需要可通过浓缩,然后将适量的溶液注入离子色谱/质谱仪中	量化离子	$10~{ m ng/m^2}$	按标准样进行量化	微量离子污染物 分析;样本回流 后,测量粉末、密 封化合物、玻璃 的可提取离子 成分
热脱附-离子迁 移谱法	TD-IMS	将基底表面上的污染物热脱附,并放入离子迁移光谱仪。使用β射线将污染物分解为离子碎片,并按其离子迁移特性进行分离。然后用四极质量探测器测定离子		气相中的十亿 分之一(ppb), 1 μg/m²	按标准样进行量化	基底表面上的无 机 NH ₃ 和 有 机 污染物
溶剂溶解-毛细管电泳-质谱法	SD-CE/MS	用适当的溶剂将污染物溶解并注入毛细管电泳(CE)中。污染物按其导电性能被相互分离,并用质谱仪进行分析		200 ng/m²		
溶剂溶解高性能液相色谱法	SD-HPLC	用适当的溶剂将污染 物溶解再注入高效液 相色谱仪中使其相互 分离并进行评估		2 000 ng/m²	按标准样进行量化	提取的有机成分测量
溶剂溶解气相色 谱/质谱法	SD-GC/MS	用适当的溶剂将基底 表面的污染物溶解, 再将一部分溶剂注入 GC/MS		$500 \text{ ng/m}^2 \sim$ $10 000 \text{ ng/m}^2$		

方法	缩写	原理	所获信息	典型灵敏度	典型量化分析应用	
气相分解-电感 耦合等离子体/ 质谱法	VPD-ICP/MS	气相氢氟酸(HF)凝聚到表面,将SiO ₂ 及其中的污染物溶解。在所形成的疏水表面上,形成带有污染物的HF液滴。再用适当的方法将液滴吸入ICP/MS测量	量化元素	IE-14 原子数/ m²	硅晶圆片上的金 属污染物超痕量 分析	

表 D.2 间接测量法及其应用(续)

D.2.9 采样、分析及相关质量控制(QC)

采样、分析和相关 QC 见图 D.3。

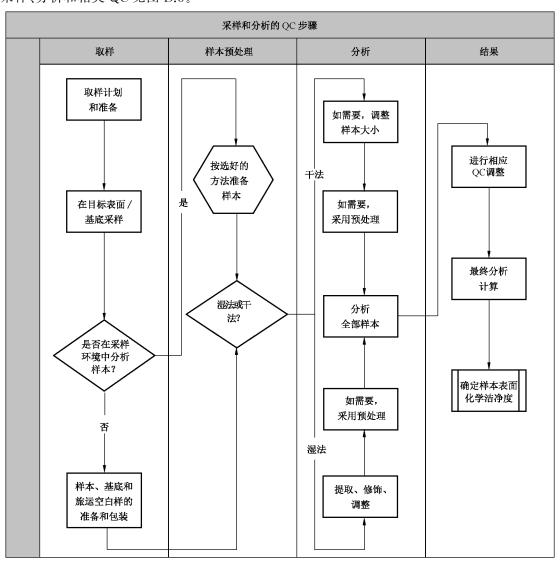


图 D.3 采样、分析和相关 QC 内容的总体流程图

D.2.10 分析质量控制

分析质量控制见图 D.4。

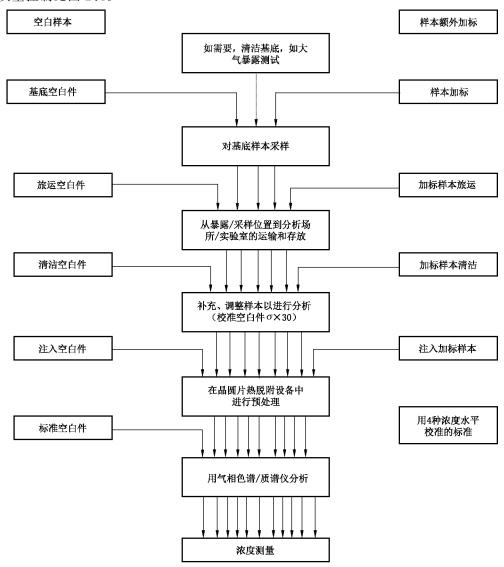


图 D.4 对硅晶圆片使用 TD-GC/MS 分析的质量控制流程图

总之,为了监测方法的效果,或为将准备阶段和测试阶段的变动和偏差量化,在关键采样与分析阶段引入加标样本。分析方法对每个阶段加标水平做出说明。在这个硅晶圆片的例子中,注入加标分析物的浓度和总离子色谱(TIC)宜在所要求的可靠性范围内,与校准标准物相同,与所加的量相同。例如,加到晶圆片热脱附的 100 ng 注入加标样本,在浓度和 TIC 图形(见参考文献[14])上等同于 100 ng 校准标准物。

附 录 E (资料性) 测试报告

表 E.1 是测试报告示例。供需双方商定的其他内容也可作为测试报告的组成部分。

表 E.1 按化学物浓度测试表面洁净度辅助文件

项目
名称:
日期:
测试者:
客户:
环境条件/洁净室条件
温度:
相对湿度:
测量位置:
所依据的标准和指南
样本
作业设施:
测试科目:
测试设置[照片和(或)草图]
作业参数:
测量点和测量方法:
测量装置
测量装置数量:
所用测量装置的测量范围,设备分辨率、探测限值:
校准证书情况:
实施测试
测试、测量步骤:
测试期间值得注意的测量值(如适用):
测试时长和采样时间:
ACC 或纳米粒子测量(如适用):
结果和分析
测试值和(或)其分析:
测量前后待测表面的目测(如适用):

参考文献

- [1] ISO 14644-8 Cleanrooms and associated controlled environments—Part 8:Classification of air cleanliness by chemical concentration (ACC)
- [2] ISO 14644-9 Cleanrooms and associated controlled environments—Part 9:Classification of surface cleanliness by particle concentration
- [3] ISO 18115-1 Surface chemical analysis—Vocabulary—Part 1: Beneral terms and terms used in spectroscopy
- [4] ISO 17052 Rubber, raw—Determination of residual monomers and other volatile low-molecular-mass compounds by capillary gas chromatography—Thermal desorption (dynamic headspace) method
- [5] ISO 18116 Surface chemical analysis—Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis
- [6] ISO 10312 Ambient air—Determination of asbestos fibres—Direct transfer transmission electron microscopy method
- [7] JACA 43 Standard for evaluation methods on substrate surface contamination in cleanrooms and associated controlled environments
- [8] SEMI E46-0307 Test method for the datermination of organic contamination from minienvironments using ion mobility spectrometry (IMS)
- [9] FUJIMOTO T., TAKEDA K., NONAKA T. Airborne Molecular Contamination: Contamination on Substrates and the Environment in Semiconductors and Other Industries. In: Developments in Surface Contamination and Cleaning: Fundamentals and Applied Aspects, (KOHLI R., & MITTAL K.L.eds.). William Andrew Publishing, Norwich, New York, 2007, pp. 329-474.
- [10] BIRCH W., CARRE A., MITTAL K.L. Wettability in Surface Contamination and Cleaning. In: Developments in Surface Contamination and Cleanring: Fundamentals and Applied Aspects, (KOHLI R., & MITTAL K. L. eds.). Willam Andrew Publishing, Norwich, New York, 2007, pp, 693-724.
- [11] Fujimoto T., Nonaka T., takeda K. et al. "Study on Airborne Molecular Contaminants in Atmosphere and on Substrate Surfaces." Proceedings of the 18th ICCCS. Beijing: International Symposium on Contamination Control, 2006.
- [12] Beckhoff B., Fabry L. et al. "Ultra-Trace Analysis of Light Elements and Speciation of Minute Organic Contaminants on Silicon Wafer Surfaces by Means of TXRF in Combination with NEXFS." Proceedings of ALTECH 2003 (Analytical Techniques for Semiconductor Materials and Process Characterization IV), 203rd Electrochemical Society Meeting, Paris, 27 April-2 May, 2003.
- [13] Wang J., Balazs M. et al. "How Low Can the Detection Limit Go with VPD-TXRF?" Proceedings of the 2001 SPWCC (Semiconductor Pure Water Chemicals Conference), 362-369. Pennington, New Jersey: The Electrochemical Society, 2001.
- [14] JIS K 0311:2005, Method for determination of tetra-through octa-chlorodibenzo-p-dioxins, tetrathrough octa-chlorodibenzofurans and co-planar polychlorobiphenyls in stationary source emissions
- [15] Evans K., Anderson T.A. Instrumental analysis techniques. In: Microelectronics Failure Analysis: Desk Reference, (Electronic Device Failure Analysis Society Desk Reference Committee, ed.) ASM International, Materials Park, Ohio, Fourth Edition, 1999, pp., 343-51.

- [16] Vanderlinde W. Energy dispersive X-ray analysis, In: Microelectronics Failure Analysis: Desk Reference, (Electronic Device Failure Analysis Society Desk Reference Committee, ed.), ASM International, Materials Park, Ohio, Fifth Edition, 2004, pp, 628-39.
- [17] Budde K., Holtzapfel W. "Determination of Contaminants on Substrate Surface Using IMS/MS and GC/MS." Proceedings of SEMICON Europa (1997 and 2000, Munich, Germany). San Jose, California: SEMI, 2000.
- [18] Chia V.K.F., Edgell M.J.On-Wafer Measurement of Molecular Contaminants. In: Contamination-Free Manufacturing for Semiconductors and Other Precision Products, (Donavan R.P., ed.). M. Dekker Press, New York, 2001, pp, 117-48.

中华人民共和国国家标准

洁净室及相关受控环境 第 10 部分: 按化学物浓度划分表面洁净度等级

GB/T 25915.10—2021/ISO 14644-10:2013

*

中国标准出版社出版发行 北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029) 北京市西城区三里河北街16号(100045)

> 网址:www.spc.org.cn 服务热线:400-168-0010 2021 年 8 月第一版

> > *

书号: 155066 • 1-67969

版权专有 侵权必究



GB/T 25915. 10-2021



码上扫一扫 正版服务到