ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 14644-10— 2014

ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ И СВЯЗАННЫЕ С НИМИ КОНТРОЛИРУЕМЫЕ СРЕДЫ

Часть 10

Классификация чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений

ISO 14644-10:2013

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

(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Общероссийской общественной организацией «Ассоциация инженеров по контролю микрозагрязнений» (АСИНКОМ) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 184 «Обеспечение промышленной чистоты»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2014 г. № 1407-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 14644-10:2013 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 10. Классификация чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений» (ISO 14644-10:2013 «Cleanrooms and associated controlled environments — Part 10: Classification of surface cleanliness by chemical concentration»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и действующие в этом качестве межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

Сведения о стандарте II
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Классификация 2
4.1 Принципы установления класса чистоты поверхности в чистых помещениях и контролируемых средах 2
4.2 Классификация чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений 2
4.3 Обозначение класса ИСО-SCC 4
4.4 Перевод массовой концентрации в численную концентрацию атомов 5
5 Контроль чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений и проверка соответствия 5
5.1 Критерии оценки частоты 5
5.2 Протоколы контроля 5
Приложение А (справочное) Соотношение между различными единицами концентрации химических загрязнений на поверхности 7
Приложение В (справочное) Факторы, влияющие на проведение контроля и его результаты 14
Приложение С (справочное) Существенные условия для правильной оценки чистоты 15
Приложение D (справочное) Методы определения чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений 16
Приложение Е (справочное) Протокол контроля чистоты 28
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам 29
Библиография 30

Введение

Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды обеспечивают контроль загрязнения поверхностей химическими веществами с целью поддержания допустимого уровня загрязнений в чувствительных к ним процессах. Продукты и процессы, требующие защиты от загрязнений, применяются в электронной, фармацевтической, медицинской, пищевой и других отраслях промышленности.

Международный стандарт ИСО 14644-10 подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 209 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды».

Комплекс международных стандартов ИСО 14644 состоит из следующих частей:

- часть 1. Классификация чистоты воздуха;
- часть 2. Требования к контролю и мониторингу для подтверждения постоянного соответствия ИСО 14644-1;
- часть 3. Методы испытаний;
- часть 4. Проектирование, строительство и ввод в эксплуатацию;
- часть 5. Эксплуатация;
- часть 6. Термины;
- часть 7. Изолирующие устройства (укрытия с чистым воздухом, боксы перчаточные, изоляторы и мини-окружения);
- часть 8. Классификация химических загрязнений в воздухе;
- часть 9. Классификация чистоты поверхностей по концентрации частиц;
- часть 10. Классификация чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЧИСТЫЕ ПОМЕЩЕНИЯ И СВЯЗАННЫЕ С НИМИ КОНТРОЛИРУЕМЫЕ СРЕДЫ

Часть 10

Классификация чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений

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

Дата введения — 2015—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает систему классификации чистоты поверхностей в чистых помещениях по химическим соединениям или элементам, включая молекулы, ионы, атомы и частицы, и может применяться для всех твердых поверхностей в чистых помещениях и связанных с ними контролируемых средах, например, для стен, потолков, рабочих поверхностей, инструментов и приборов.

Примечания

1 Стандарт рассматривает только химические свойства частиц без учета их физических свойств. Стандарт не рассматривает взаимодействие между загрязнениями и поверхностью.

2 Стандарт не рассматривает загрязнения, появляющиеся в ходе технологического процесса, с течением времени (оседание, старение и пр.), или связанные с деятельностью при проведении процесса (транспортирование, обращение), а также не касается статистических методов контроля качества с целью оценки соответствия.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. При датированных ссылках применяют только указанную версию стандарта. При недатированных ссылках необходимо использовать последнее издание документа (включая любые поправки).

ИСО 14644-1:– [1] Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды — Часть 1. Классификация чистоты воздуха по классификации частиц (ISO 14644-1 Cleanrooms and associated controlled environments — Part 1: Classification of air cleanliness by particle concentration)

ИСО 14644-6 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Термины и определения (ISO 14644-6 Cleanrooms and associated controlled environments — Part 6: Vocabulary)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ИСО 14644-6, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **чистота воздуха по концентрации химических загрязнений;** ACC (air cleanliness by chemical concentration; ACC): Уровень, выраженный как ИСО класс N, равный максимально допустимой концентрации данного химического загрязнения или группы загрязнений, выраженной в граммах на кубический метр (г/м^3).

Примечание — Это определение не включает макромолекулы биологического

[1] Стандарт ИСО 14644-1 находится на стадии пересмотра.

происхождения, рассматриваемые как частицы.

3.2 **категория загрязнений** (contaminant category): Общее наименование группы загрязнений со специфическим негативным воздействием на поверхность при оседании на нее.

3.3 **химическое загрязнение** (chemical contaminant): Вещество (не частицы), которое может оказать отрицательное влияние на продукт, процесс или оборудование.

3.4 **твердая поверхность** (solid surface): Граница между твердой и иной фазой.

3.5 **поверхность** (surface): Граница между двумя фазами.

Примечание — Как правило, одна из фаз является твердой, а другая — газом, жидкостью или другой твердой поверхностью.

3.6 **чистота поверхности по концентрации химических загрязнений;** SCC (surface cleanliness by chemical concentration, SCC): Состояние поверхности, характеризуемое концентрацией химических загрязнений на ней.

3.7 **класс чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений N_{SCC}** (surface cleanliness by chemical concentration class N_{SCC}): Десятичный логарифм концентрации химических загрязнений поверхности, выраженной г/м^2.

4 Классификация

4.1 Принципы установления класса чистоты поверхности в чистых помещениях и контролируемых средах

Класс обозначается классификационным числом «ИСО-SCC» и задает максимально допустимую концентрацию данного химического загрязнения или группы загрязнений. Классификация учитывает концентрацию химических загрязнений на поверхности в г/м^2, см. формулу (1). Для целей классификации все остальные единицы измерения должны быть приведены к г/м^2. При низких концентрациях загрязнений максимально допустимая концентрация может быть выражена в атомах на квадратный сантиметр, ISO-$SCC_{атом}$, по формуле (2).

4.2 Классификация чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений

Класс чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений обозначается классификационным числом N_{SCC}, представляющим собой десятичный логарифм концентрации химических загрязнений C_{SCC}, выраженной в г/м^2. Этот класс должен относиться к определенному химическому загрязнению или группе загрязнений. Допускается устанавливать промежуточную классификацию с наименьшим интервалом 0,1 от числа N_{SCC}. Соотношение между концентрацией химических загрязнений C_{SCC} и классификационным числом N_{SCC} определяется формулой:

$$C_{SCC} = 10^{N_{SCC}} \quad (1)$$

$$\text{т. е. } N_{SCC} = \log_{10} C_{SCC} .$$

Фактическая концентрация химических загрязнений (одним или несколькими веществами) не должна превышать максимально допустимое значение C_{SCC}, устанавливаемое по согласованию между заказчиком и поставщиком. Во всех случаях классификационное число N_{SCC} должно включать знак «минус».

Примечания

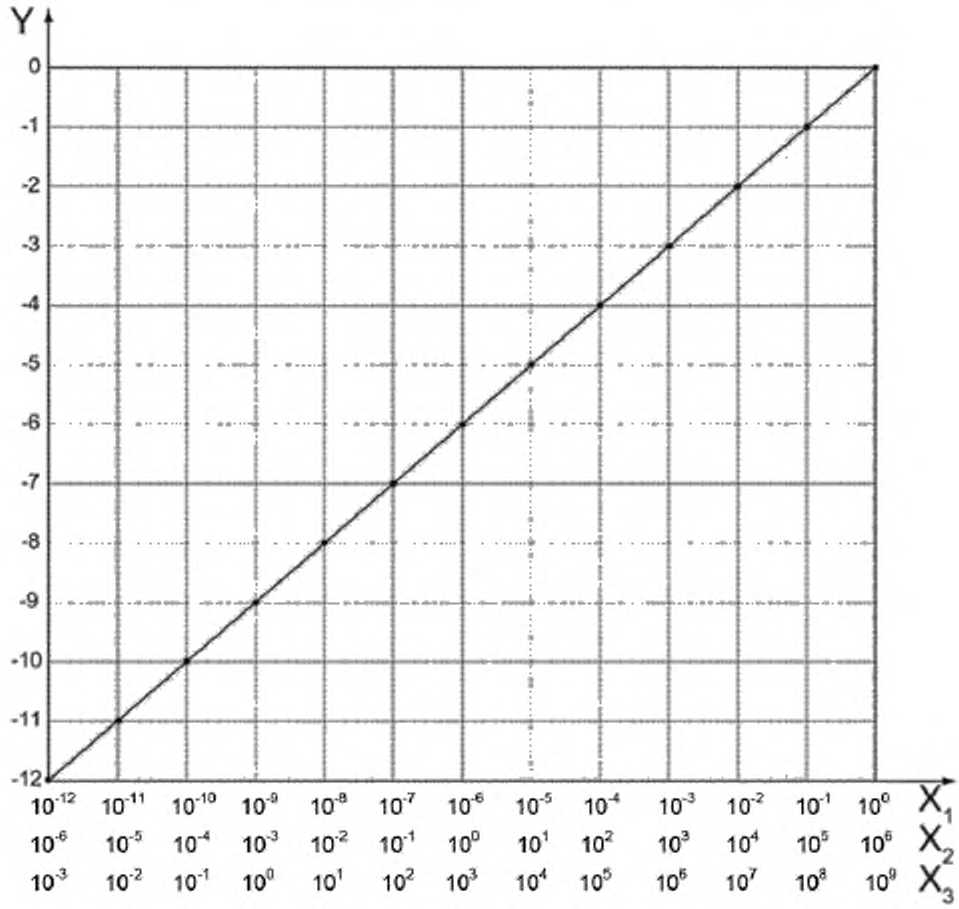
1 Классификационное число должно сопровождаться описанием согласно 4.3.

2 Порядок пересчета массовой концентрации (г/м^2) в численную концентрацию (число атомов, молекул или ионов на единицу площади) приведен в 4.4.

Классы чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений и соответствующие им концентрации указаны в таблице 1 и на рисунке 1. Следует учитывать также показатели, перечисленные в приложении В, которые могут оказать влияние на классификацию.

Таблица 1 — Классы чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений (классы ИСО-SCC)

Класс ИСО-SCC	Концентрация г/м^2	Концентрация нг/м^2	Концентрация г/см^2
0	10^{0}	10^{9}	10^{5}
–1	10^{-1}	10^{8}	10^{4}
–2	10^{-2}	10^{7}	10^{3}
–3	10^{-3}	10^{6}	10^{2}
–4	10^{-4}	10^{5}	10^{1}
–5	10^{-5}	10^{4}	10^{0}
–6	10^{-6}	10^{3}	10^{-1}
–7	10^{-7}	10^{2}	10^{-2}
–8	10^{-8}	10^{1}	10^{-3}
–9	10^{-9}	10^{0}	10^{-4}
–10	10^{-10}	10^{-1}	10^{-5}
–11	10^{-11}	10^{-2}	10^{-6}
–12	10^{-12}	10^{-3}	10^{-7}



X_1 — массовая концентрация загрязнений поверхности, г/м^2;

X_2 — массовая концентрация загрязнений поверхности, мкг/см^2;

X_3 — массовая концентрация загрязнений поверхности, нг/см^2; Y — Класс ИСО-SCC

Рисунок 1 — Классы ИСО-SCC как функция концентрации загрязнений

4.3 Обозначение класса ИСО-SCC

Численное обозначение класса ИСО-SCC должно сопровождаться указанием на химический состав загрязнения (группы загрязнений), т. е. класс чистоты обозначается записью, имеющей вид:

ИСО-SCC класс N (X),

где X — химический состав загрязнения или группы загрязнений.

Примеры

1 Концентрация загрязнения поверхности N-метил-2-пирролидоном (NMP) по результатам анализа пробы составляет $9{,}8 \cdot 10^{-7}$ г/м^2, что соответствует классу –6 с пределом класса 10^{-6} г/м^2. Обозначение этого класса чистоты: «ИСО-SCC класс –6 (NMP)».

2 Концентрация загрязнения поверхности органическими веществами (TOC) составляет $6 \cdot 10^{-5}$ г/м^2, что соответствует классу –4 с пределом класса 10^{-4} г/м^2. Обозначение этого класса чистоты: «ИСО-SCC класс –4 (TOC)».

4.4 Перевод массовой концентрации в численную концентрацию атомов

Очень низкие концентрации загрязнений поверхностей оцениваются, как правило, числом молекул, атомов или ионов на единице площади (1/м^2). Для целей классификации следует выполнить перевод этого числа в массовую концентрацию (г/м^2) по формуле

$$C_{SCC} = \frac{M\left(C_{SCC_number}\right)}{N_a} \qquad (2)$$

где C_{SCC_number} — численная концентрация (число молекул атомов или ионов на единице площади поверхности (1/м^2);

C_{SCC} – массовая концентрация (г/м^2);

N_a – число Авогадро ($6{,}02 \cdot 10^{23}$ молекул/моль);

M – молярная масса пробы атомов, молекул или ионов (г/моль).

На рисунке А.4 приложения А показано соотношение между массовой концентрацией химических загрязнений на поверхности (г/м^2) и численной концентрацией атомов (число атомов/м^2) для типовых загрязнений.

5 Контроль чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений и проверка соответствия

5.1 Критерии оценки частоты

На рисунке D.2 приложения D показаны методы оценки наличия различных загрязнений с указанием методов отбора и анализа проб.

Контроль, выполняемый для оценки соответствия, должен производиться в классифицированной среде, в которой концентрация аэрозольных частиц и химических загрязнений не оказывает влияние на результаты контроля. Контроль выполняется в соответствии с 5.2.2. Требования к окружающей среде, методам контроля и приборам должны быть согласованы между заказчиком и исполнителем.

В приложении С рассмотрены дополнительные виды контроля, в приложении D — методы контроля для оценки соответствия.

Перечень методов контроля не является исчерпывающим, по согласованию между заказчиком и исполнителем могут применяться другие методы, если их точность сопоставима с типовыми методами.

Результаты контроля различными методами даже при их правильном применении могут отличаться, но быть достоверными. Рекомендуется выполнять повторные проверки, рассматривая их как элемент статистического анализа.

При оценке высоких уровней чистоты могут наблюдаться резко выделяющиеся необычно высокие концентрации загрязнений. В этих случаях следует применять специальные методы контроля, указанные на рисунке D.4 приложения D.

Следует принять меры по снижению электростатического заряда в зонах контроля, поскольку он усиливает оседание загрязнений на поверхность. Статический заряд может накапливаться на поверхностях, не являющихся токопроводящими, заземленными или на которых заряд нейтрализован. Из-за этого результаты контроля могут различаться.

В приложении D рассмотрены типичные методы контроля чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений.

5.2 Протоколы контроля

5.2.1 Общие положения

Соответствие чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений заданному заказчиком классу чистоты проверяется путем контроля чистоты и оформления документации (протоколов)

с указанием условий проведения контроля. Детали проведения контроля должны быть согласованы между заказчиком и исполнителем заранее.

5.2.2 Проведение контроля

Контроль следует выполнять по методикам контроля с использованием калиброванных приборов (по возможности).

Методы контроля для проверки соответствия рассмотрены в приложении D. Перечень типовых методов не является исчерпывающим. Требования к окружающей среде должны быть согласованы между заказчиком и исполнителем. Могут применяться другие методы, имеющие сравнимую точность (по согласованию между заказчиком и исполнителем).

Результаты контроля различными методами даже при их правильном применении могут различаться, причем достоверность этих результатов одинакова. Рекомендуется выполнять повторные проверки.

Требования к окружающей среде при проведении контроля должны быть согласованы между заказчиком и исполнителем.

5.2.3 Протокол контроля

Результаты контроля чистоты каждой поверхности должны быть оформлены документально в виде протокола (отчета) с заключением о соответствии/несоответствии заданному классу чистоты. Протокол должен включать, как минимум, следующее:

a) наименование и адрес организации, проводящей контроль;

b) фамилию и инициалы лица, проводящего контроль;

c) параметры окружающей среды;

d) дату, время и продолжительность отбора проб;

e) время проведения контроля;

f) ссылку на данный стандарт;

g) указание на расположение контролируемой поверхности и место отбора проб (при необходимости);

h) класс чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений (SCC класс N);

i) предельно допустимый уровень загрязнений по согласованию между заказчиком и исполнителем;

j) согласованные методы контроля, чувствительность приборов (пределы обнаружения);

k) методику контроля с указанием отклонений от нее (если они имели место);

l) данные о приборах и действующих сертификатах калибровки;

m) число проведенных проверок;

n) результаты контроля, включая концентрации химических загрязнений для всех проверок;

o) состояние поверхности (после окончательной очистки, до или после упаковки с указанием типа и качества упаковки).

Пример оформления протокола приведен в приложении E. Могут использоваться другие формы протокола по согласованию между заказчиком и исполнителем.

Приложение А
(справочное)

Соотношение между различными единицами концентрации химических загрязнений на поверхности

А.1 Общие положения

В дополнение к массовой концентрации загрязнений на поверхности (г/м^2) существуют несколько единиц для выражения численной концентрации органических соединений или их групп: в единицах молекул/м^2 (число молекул органических загрязнений на поверхности) и в единицах атомов С/м^2 (число атомов углерода в составе химических соединений — органических загрязнений на поверхности).

А.2 Примеры

В таблицах А.1 — А.3 приведены примеры перевода численной концентрации (молекул/м^2 и атомов/м^2) в массовую концентрацию загрязнений на поверхности для углерода (г С/м^2) и общей массы загрязнений (г/м^2) для гептана, гексадекана и ди(2-этилгексил)фталата.

Таблица А.1 — Пример соотношения между массовой концентрацией (г/м^2) и численной концентрацией (молекул/м^2 и атомов/м^2) на поверхности для гептана (C_7H_{16}), CAS №142-82-5

Контролируемый параметр	Обозначение	Ед. измерения	M = 100,2 N_C = 7			
			Пример 1	Пример 2	Пример 3	Пример 4
Численная концентрация молекул на поверхности	$C_{молекул}$	молекул/м^2	$1{,}00 \cdot 10^{19}$	$1{,}42 \cdot 10^{18}$	$7{,}16 \cdot 10^{16}$	$6{,}01 \cdot 10^{16}$
Численная концентрация атомов углерода на поверхности	$C_{атомов_углерода}$	атомов С/м^2	$7{,}00 \cdot 10^{19}$	$1{,}00 \cdot 10^{19}$	$5{,}00 \cdot 10^{17}$	$4{,}19 \cdot 10^{17}$
Массовая концентрация углерода на поверхности	$C_{г_углерода}$	г С/м^2	$1{,}39 \cdot 10^{-3}$	$1{,}98 \cdot 10^{-4}$	$1{,}00 \cdot 10^{-4}$	$8{,}39 \cdot 10^{-6}$
Массовая концентрация	C_{SCC}	г/м^2	$1{,}66 \cdot 10^{-3}$	$2{,}36 \cdot 10^{-4}$	$1{,}19 \cdot 10^{-4}$	$1{,}00 \cdot 10^{-5}$

Таблица А.2 — Пример соотношения между массовой концентрацией (г/м^2) и численной концентрацией (молекул/м^2 и атомов/м^2) на поверхности для гексадекана ($C_{17}H_{34}$), CAS №544-76-3

Контролируемый параметр	Обозначение	Ед. измерения	M = 226,4 N_C = 17			
			Пример 1	Пример 2	Пример 3	Пример 4
Численная концентрация молекул на поверхности	$C_{молекул}$	молекул/м^2	$1{,}00 \cdot 10^{19}$	$6{,}20 \cdot 10^{18}$	$3{,}12 \cdot 10^{16}$	$2{,}60 \cdot 10^{16}$
Численная концентрация атомов углерода на поверхности	$C_{атомов_углерода}$	атомов С/м^2	$1{,}59 \cdot 10^{20}$	$1{,}00 \cdot 10^{19}$	$5{,}00 \cdot 10^{17}$	$4{,}20 \cdot 10^{17}$
Массовая концентрация углерода на поверхности	$C_{г_углерода}$	г С/м^2	$3{,}19 \cdot 10^{-3}$	$2{,}00 \cdot 10^{-4}$	$1{,}00 \cdot 10^{-4}$	$8{,}49 \cdot 10^{-5}$
Массовая концентрация	C_{SCC}	г/м^2	$3{,}77 \cdot 10^{-3}$	$2{,}35 \cdot 10^{-4}$	$1{,}17 \cdot 10^{-4}$	$1{,}00 \cdot 10^{-4}$

Таблица А.3 — Пример соотношения между массовой концентрацией (г/м^2) и численной концентрацией (молекул/м^2 и атомов/м^2) на поверхности для ди(2-этилгексил)фталата ($C_{24}H_{38}O_4$), CAS №117-817-7

Контролируемый параметр	Обозначение	Ед. измерения	M = 390,6, N_C = 24			
			Пример 1	Пример 2	Пример 3	Пример 4
Численная концентрация молекул на поверхности	$C_{молекул}$	молекул/м^2	$1{,}00 \cdot 10^{19}$	$4{,}20 \cdot 10^{18}$	$2{,}00 \cdot 10^{16}$	$1{,}50 \cdot 10^{16}$
Численная концентрация атомов углерода на поверхности	$C_{атомов_углерода}$	атомов С/м^2	$2{,}39 \cdot 10^{20}$	$1{,}00 \cdot 10^{19}$	$4{,}89 \cdot 10^{17}$	$3{,}60 \cdot 10^{17}$
Массовая концентрация углерода на поверхности	$C_{г_углерода}$	г С/м^2	$4{,}89 \cdot 10^{-3}$	$2{,}04 \cdot 10^{-4}$	$1{,}00 \cdot 10^{-4}$	$7{,}37 \cdot 10^{-5}$
Массовая концентрация	C_{SCC}	г/м^2	$6{,}62 \cdot 10^{-3}$	$2{,}76 \cdot 10^{-4}$	$1{,}35 \cdot 10^{-4}$	$1{,}00 \cdot 10^{-4}$

Численная концентрация может быть переведена в массовую концентрацию по формулам А.1 — А.3:

$$C_{SCC}\left[г/м^2\right] = C_{молекул}\left[молекул/м^2\right] \times \frac{M\left[г/моль\right]}{N_a\left[молекул/моль\right]}, \quad (А.1)$$

$$C_{SCC}\left[г/м^2\right] = \frac{C_{атомов\ углерода}\left[атомов C/м^2\right]}{N_C\left[атомов C/молекула\right]} \times \frac{M\left[г/моль\right]}{N_a\left[молекул/моль\right]}, \quad (А.2)$$

$$C_{SCC}\left[г/м^2\right]=\frac{\left[\frac{C_{г\ углерода}\left[гС/м^2\right]}{M_C\left[г/моль\right]}\right]}{N_C\left[атомов\,C/молекула\right]}\times M\left[г/моль\right], \quad (A.3)$$

где N_C — численная концентрация данного вида органических загрязнений;

M_C — молярная масса углерода.

Значения численной концентрации органических загрязнений на поверхности для различных единиц (пленка Ленгмюра-Блоджетт) приведены в таблице А.4. Значения рассчитаны по формуле:

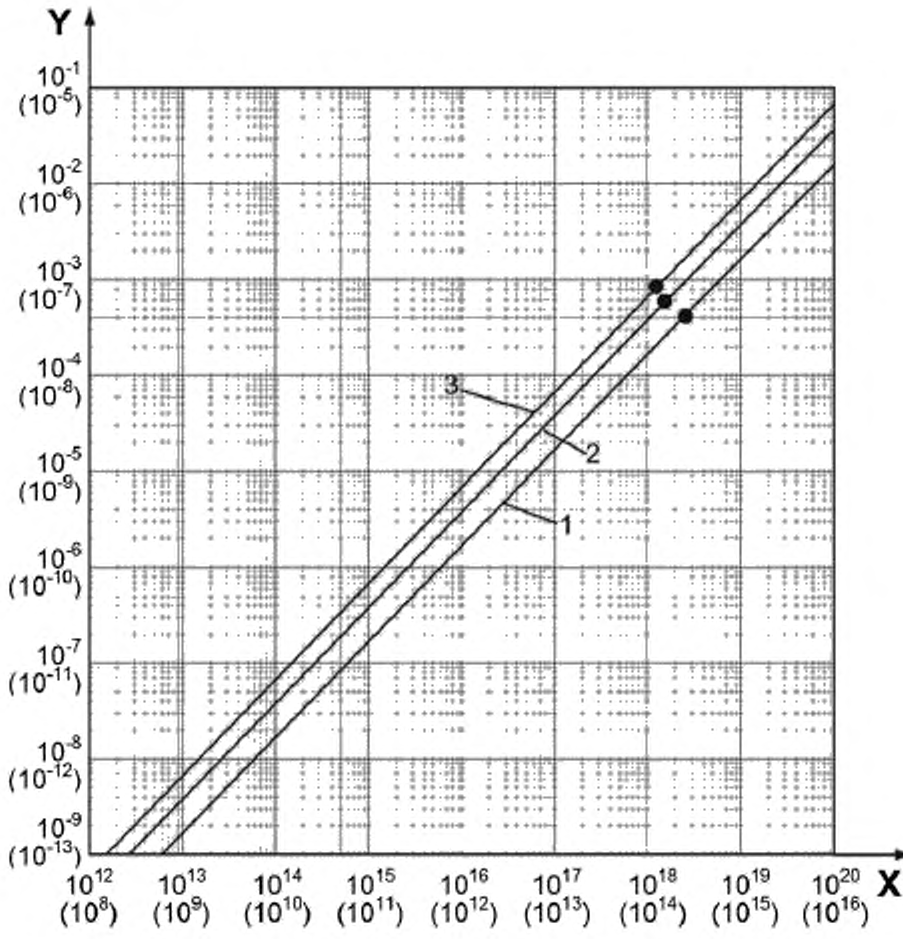
$$C_{SCC_LB}\left[г/м^2\right]=(M/N_a)^{1/3}\,d^{2/3} \quad (A.4)$$

где d — плотность органического вещества (загрязнения), г/м^3.

Таблица А.4 — Концентрация в монослое для пленки Ленгмюра-Блоджетт

Контролируемый параметр	Гептан (C_7H_{16}), CAS №142-82-5	Гексадекан ($C_{17}H_{34}$), CAS №544-76-3	Диэтилгексипфтолат ($C_{24}H_{38}O_4$), CAS №117-817-7
Численная концентрация молекул на поверхности	$2{,}55\cdot10^{18}$	$1{,}62\cdot10^{18}$	$1{,}34\cdot10^{18}$
Численная концентрация атомов углерода на поверхности	$1{,}79\cdot10^{19}$	$2{,}59\cdot10^{19}$	$3{,}21\cdot10^{19}$
Массовая концентрация углерода на поверхности	$3{,}56\cdot10^{-4}$	$5{,}18\cdot10^{-4}$	$6{,}56\cdot10^{-4}$
Массовая концентрация	$4{,}24\cdot10^{-4}$	$6{,}10\cdot10^{-4}$	$8{,}88\cdot10^{-4}$

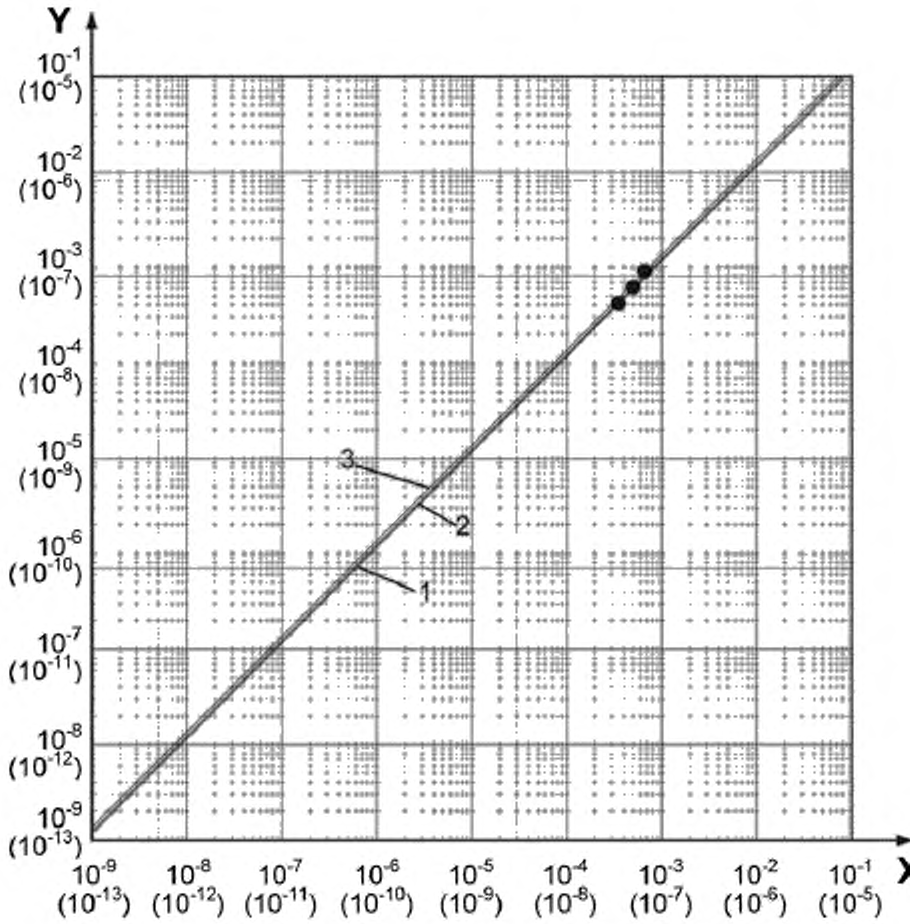
На рисунках А.1 — А.4 в качестве иллюстрации приведены соотношения между численной концентрацией загрязнений (молекул/м^2 или атомов /м^2) и массовой концентрацией углерода (г С/м^2) или всей массы загрязнений (г/м^2).



X — концентрация молекул на поверхности (молекул/м^2 или молекул/см^2);
Y — массовая концентрация на поверхности (г/м^2 или г/см^2);

• — концентрация на поверхности, соответствующая монослою по модели Ленгмюра-Блоджетт;
1 — гептан (C_7H_{16}), CAS №142-82-5: *2* — гексадекан ($C_{17}H_{34}$), CAS №544-76-3;
3 — ди(2-этилгексил)фталат ($C_{24}H_{38}O_4$), CAS №117-817-7

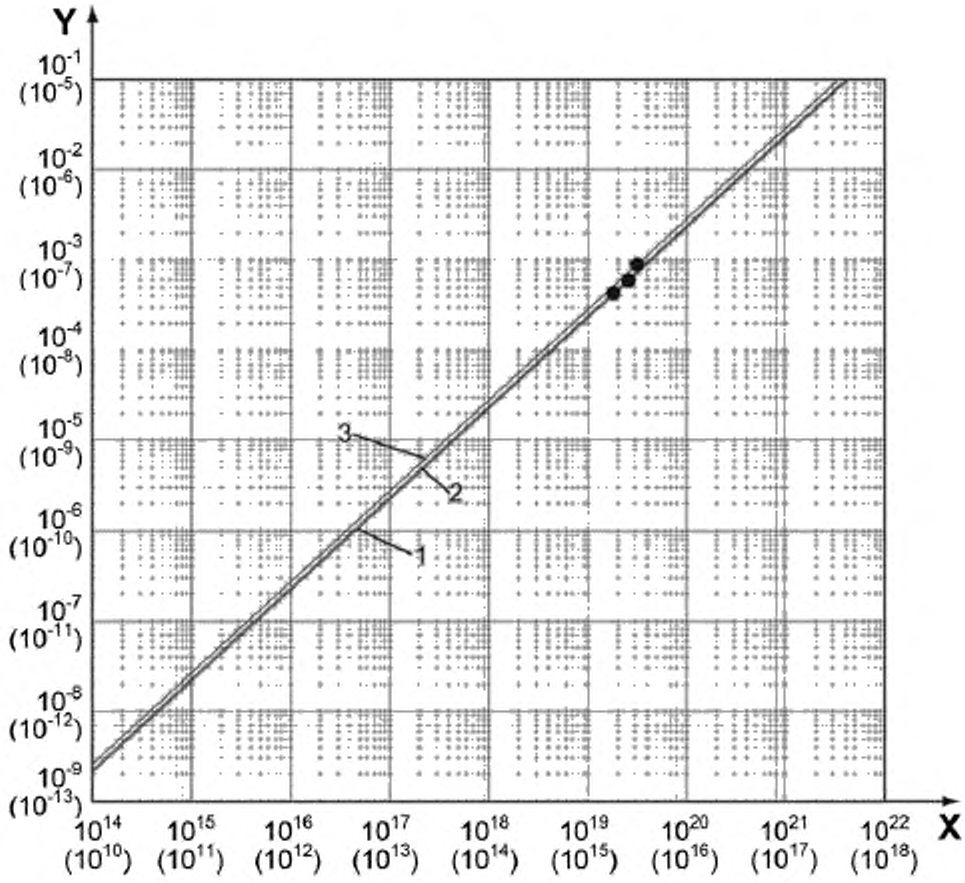
Рисунок А.1 — Соотношение между массовой концентрацией (г/м^2) и концентрацией молекул (молекул/м^2) на поверхности для типовых органических загрязнений



X — массовая концентрация атомов углерода на поверхности (г С/м^2 или г С/см^2);
Y — массовая концентрация загрязнения на поверхности (г/м^2 или г/см^2),

• — концентрация на поверхности, соответствующая монослою по модели Ленгмюра-Блоджетт,
1 — гептан (C_7H_{16}), CAS №142-82-5; 2 — гексадекан ($C_{17}H_{34}$), CAS №544-76-3;
3 — ди(2-этилгексил)фталат ($C_{24}H_{38}O_4$), CAS №117-817-7

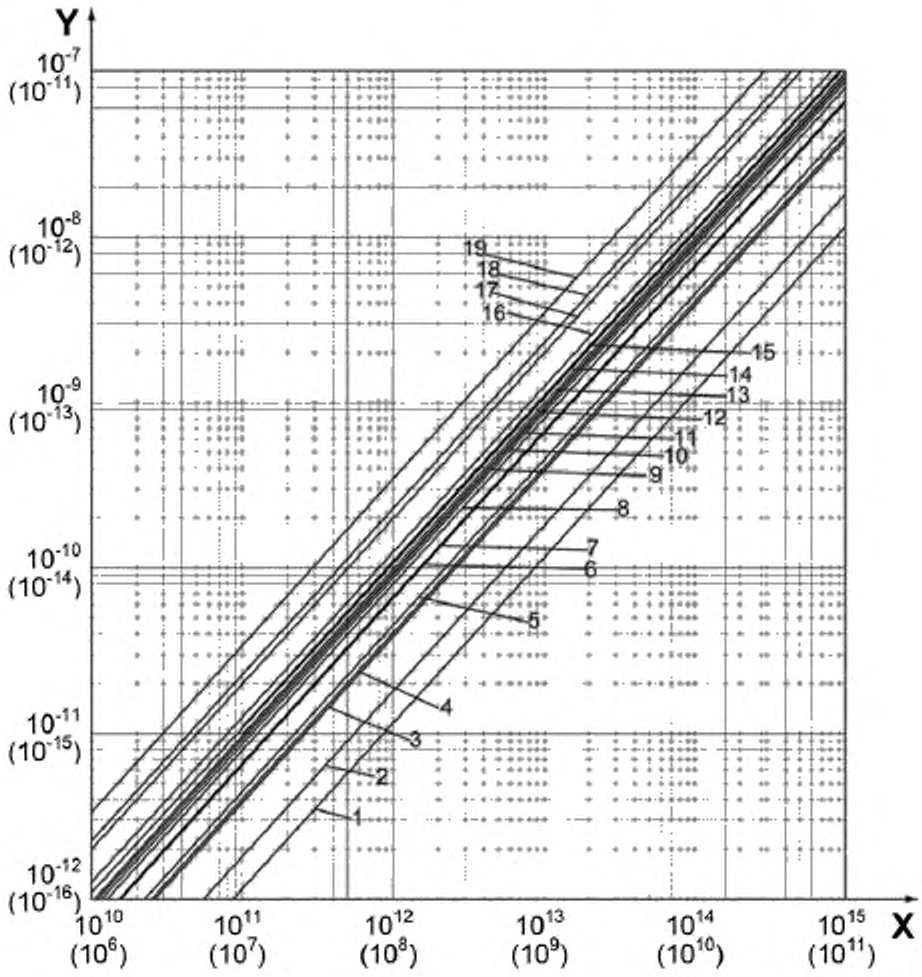
Рисунок А.2 — Соотношение между массовой концентрацией загрязнения (г/м^2) и массовой концентрацией атомов углерода (г С/м^2) на поверхности для типовых органических загрязнений



X — численная концентрация атомов углерода на поверхности (атомов С/м^2 или атомов С/см^2);
Y — массовая концентрация загрязнения на поверхности (г/м^2 или г/см^2);

• — концентрация на поверхности, соответствующая монослою по модели Ленгмюра-Блоджетт;
1 — гептан (C_7H_{16}), CAS №142-82-5; *2* — гексадекан ($C_{17}H_{34}$), CAS №544-76-3;
3 — ди(2-этилгексил)фталат ($C_{24}H_{38}O_4$), CAS №117-817-7

Рисунок А.3 — Соотношение между массовой концентрацией загрязнения (г/м^2) и численной концентрацией атомов углерода (атомов С/м^2) на поверхности для типовых органических загрязнений



X — численная концентрация атомов углерода на поверхности (атомов C/м^2 или атомов C/см^2);
Y — массовая концентрация загрязнения на поверхности (г/м^2 или г/см^2);

1 — Li (*M* = 6,9); *2* — B (*M* = 10,8); *3* — Na (*M* = 23,0); *4* — Mg (*M* = 24,3); *5* — Al (*M* = 27,0);
6 — K (*M* = 39,1), *7* — Ca (*M* = 40,1); *8* — Ti (*M* = 47,8); *9* — Cr (*M* = 52,0); *10* — Mn (*M* = 54,9);
11 — Fe (*M* = 55,9); *12* — Co (*M* = 58,9); *13* — Ni (*M* = 58,7); *14* — Cu (*M* = 63,4);
15 — Zn (*M* = 65,4); *16* — As (*M* = 74,9); *17* — Sn (*M* = 118,7); *18* — Ba (*M* = 137,33);
19 — Pb (*M* = 207,2)

Рисунок А.4 — Соотношение между массовой концентрацией загрязнения (г/м^2) и численной концентрацией атомов (атомов/м^2) на поверхности для типовых загрязнений

Приложение В
(справочное)

Факторы, влияющие на проведение контроля и его результаты

В.1 Факторы

К факторам, влияющим на проведение контроля и его результаты, относятся:

a) квалификация персонала, отбирающего пробы и проводящего анализ;

b) надежность, повторяемость и уровень возможностей контрольной лаборатории;

c) уровень чистоты емкостей для отбора проб, инструментов и оборудования;

d) уровень чистоты материалов упаковки для транспортирования образцов;

e) методики отбора проб, оценки «нулевого фона» и ошибок при отборе и анализе проб (см. рисунок D.3 приложения D);

f) несанкционированное вскрытие проб;

g) вскрытие пробы за пределами контролируемой среды;

h) качество реактивов или воды, используемых для отбора химического загрязнения с контрольной поверхности;

i) потеря анализируемого вещества (загрязнения) при отборе проб, транспортировании или проведении анализа;

j) потеря или изменение свойств анализируемого вещества (загрязнения) вследствие десорбции или термического распада при нагреве во время проведения анализа;

k) тсутствие требуемой периодической калибровки приборов или непроведение расследования причин появления необычных результатов (выбросов);

l) ошибки при калибровке или вычислениях, проводимых для пробы.

В.2 Дополнительные сведения

Перечень факторов в В.1 не является исчерпывающим.

Приложение С
(справочное)

Существенные условия для правильной оценки чистоты

С.1 Общие положения

Необходимо задать, согласовать и соблюдать следующие условия и факторы (до начала проведения контроля):

a) способность поверхности к увлажнению, т. е. является ли поверхность гидрофильной или гидрофобной;
b) вещество или группу веществ, используемых в качестве контрольного материала;
c) вещество или группу веществ, используемых в процессе исследования;
d) вещество или группу веществ, используемых при техническом обслуживании;
e) вещество или группу веществ, обнаруженных в наружном воздухе и в воздухе помещения;
f) наличие общих химических/молекулярных или специфических для продукта факторов;
g) вещество или группу веществ, которые предполагается контролировать;
h) характер, объем и скорость воздуха при отборе проб;
i) обнаружение запахов при отборе проб (следует принять меры предосторожности от вдыхания);
j) температуру, относительную влажность и давление при отборе проб;
k) визуализационный тест или контроль концентрации частиц в воздухе до контроля чистоты поверхности;
l) контроль наночастиц до контроля чистоты поверхности;
m) используемые моющие (чистящие) вещества или процесс очистки;
n) ожидаемые результаты контроля;
o) типы контрольно-измерительных приборов;
p) свойства пробы, представляющие интерес;
q) загрязнение от окружающей среды;
r) загрязнения, образующиеся в ходе контроля или от приборов;
s) ограничение на электростатический заряд или перенос заряда в зоне контроля;
t) результаты контроля в виде класса чистоты;
u) контроль качества при отборе и анализе проб.

С.2 Дополнительные указания

Подробное описание методов контроля приведено в приложении D.

Приложение D
(справочное)

Методы определения чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений

D.1 Выбор метода

D.1.1 Общие положения

Для получения количественной оценки чистоты поверхности следует выбрать соответствующий метод. В некоторых случаях, когда отсутствует возможность дать количественную оценку, можно ограничиться качественным анализом. Результаты качественного анализа не могут служить основанием для классификации чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений согласно разделу 5.

D.1.2 Схема выбора метода контроля

На рисунке D.1 дана схема выбора метода контроля чистоты поверхностей по концентрации химических загрязнений.

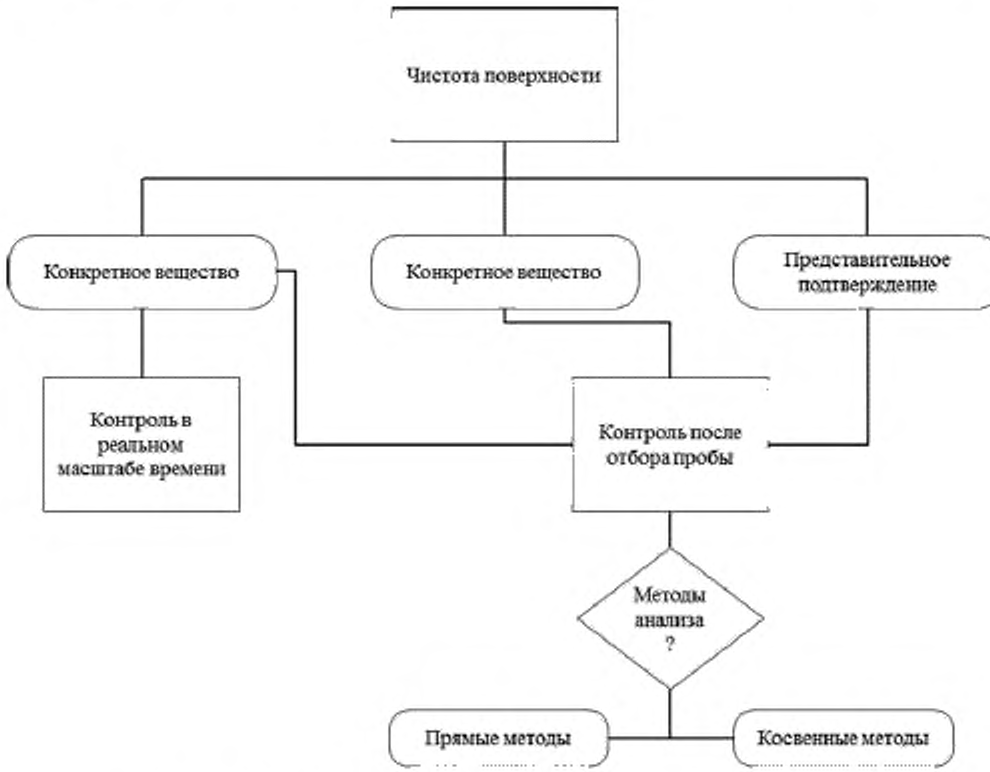
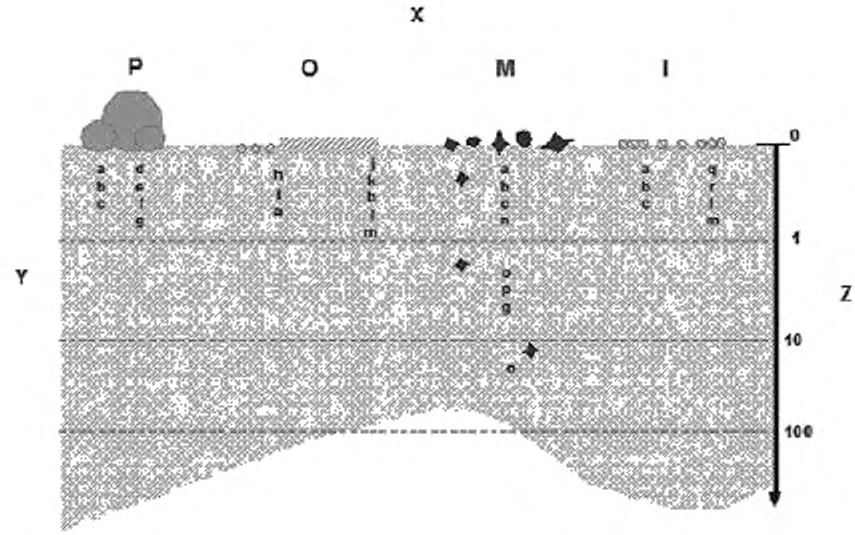


Рисунок D.1 — Схема выбора метода контроля чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений

D.1.3 Области применения основных методов контроля

На рисунке D.2 показаны области применения методов контроля различных видов загрязнений.



X — химическое загрязнение поверхности; *Y* — основные методы контроля;
Z — глубина контроля, нм; *P* — частицы; *O* — органические вещества; *M* — металлы;
I — ионы, в т. ч. кислоты и основания,
a — времяпролетная масс-спектрометрия вторичных ионов (TOF-SIMS);
b — рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (XPS);
c — Оже-спектроскопия (AES); *d* — сканирующая электронная микроскопия (SEM);
e — энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (SEM-EDX),
f — дисперсионная рентгеновская спектроскопия по длине волны (SEM-WDX);
g — рентгенофлуоресцентная спектроскопия с полным внешним отражением (TXRF);
h — хромато-масс-спектрометрия термической десорбцией (TD-GC/MS),
i — спектроскопия подвижности ионов с термической десорбцией/масс-спектрометрия (TD-IMS/MS);
j — инфракрасная (ИК) Фурье-спектроскопия (FTIR);
k — ИК-Фурье-спектроскопия многократного внутреннего отражения (MIR-FTIR);
l — кварцевые микровесы (QCM); *m* — датчик на поверхностных акустических волнах (SAW);
n — масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой с разложением парами плавиковой кислоты (VPD-ICP/MS);
o — масс-спектрометрия вторичных ионов (SIMS);
p — рентгенофлуоресцентная спектроскопия с полным внешним отражением
с разложением парами плавиковой кислоты (VPD-TXRF);
q — ионная хроматография/масс-спектрометрия с экстракцией растворителем (SE-IC/MS);
r — высокоэффективная жидкостная хроматография с экстракцией растворителем (SE-HPLC)

Рисунок D.2 — Общая схема выбора методов контроля

D.2 Критерии оценки частоты поверхности по концентрации химических загрязнений

D.2.1 Общие положения

Для классификации чистоты поверхности следует выполнить оценку химического загрязнения поверхности.

Для выполнения оценки (количественной или качественной) и классификации чистоты поверхности следует определить число и типы химических загрязнений, подлежащих определению.

D.2.2 Требования к методам контроля

При выборе метода контроля следует учесть свойства поверхности и предъявляемые к ней требования. К наиболее важным условиям относятся:

a) химические свойства поверхности и ее устойчивость (например, материал);

b) методы контроля прямые [с применением устройств, работающих в реальном масштабе времени (например, датчик на поверхностных акустических волнах)];

c) методы контроля косвенные (с применением аналитического оборудования, например, подложек или дисков для сканирующей электронной микроскопии).

d) скорость контроля и требуемые методы (например, применение метода случайного отбора проб или контроля серии);

e) гибкость (например, возможность быстрого применения метода на различных поверхностях);

f) незначительное изменение поверхности или отсутствие изменений при проведении контроля (например, отсутствие изменения поверхности при ее увлажнении омывающими жидкостями).

Исходя из этих условий можно выполнить классификацию методов контроля согласно D.2.3 с указанием областей их применения.

D.2.3 Прямые и косвенные методы контроля

D.2.3.1 Общие положения

Для лучшей оценки чистоты поверхности следует правильно выбрать метод контроля. Методы могут быть:

a) прямыми;

b) косвенными.

Прямые методы не требуют обработки образцов и, как правило, являются предпочтительными. Обычно прямые методы менее трудоемки, характеризуются меньшими ошибками и дают результаты с более высокой воспроизводимостью, чем косвенные методы. Однако для материалов сложного состава и с высокими требованиями к отбору проб единственной возможностью может оказаться применение косвенных методов.

D.2.3.2 Методы отбора проб

Химические загрязнения могут быть разделены на три группы:

1) продукт целиком, когда весь загрязненный образец направляется для проведения анализа;

2) проба (образец), отобранная методом осаждения загрязнений, например прямой экспозицией или осаждением на седиментационные (индикаторные) диск или пластину;

3) проба (образец), отобранная методом экстракции с материалов, рабочих поверхностей или оборудования с использованием физических средств (например, мазков, скальпелей, липких лент с известным уровнем загрязнений или экстракцией растворителем).

D.2.3.3 Порядок отбора проб

При анализе продукта целиком (рисунок D.3) могут использоваться влажные и сухие методы.

Такой же порядок может применяться при анализе осажденных загрязнений, когда загрязнение смывают с образца водным раствором ПАВ или растворяют в органическом растворителе. Полученный раствор помещают в контрольный прибор для проведения косвенного анализа. При «сухом» методе материал разделяют на части и помещают непосредственно в прибор.

При работе по третьему методу (проба, отобранная методом экстракции) загрязнение переносится на липкую ленту или подложку для сканирующего электронного микроскопа, которые помещаются в контрольный прибор. Для этой цели используются липкие ленты с малой адгезией, которыми обрабатывают поверхность, затем эти ленты помещаются в чистое герметичное транспортное устройство для передачи в лабораторию. Для отбора пробы должны использоваться перчатки для чистых помещений с низким выделением волокон. В зависимости от метода экстракции и вида загрязнений анализ может проводиться путем непосредственного помещения в прибор отобранной физическим путем пробы либо химической или термической обработкой пробы.

D.2.4 Упаковка контрольных образцов (проб)

D.2.4.1 Упаковка образцов для химического анализа

Образцы, которые подлежат анализу за пределами зоны, в которой они отобраны, должны быть упакованы с выполнением следующих условий:

a) должна быть проведена подготовка в месте взятия образца (отбора пробы). Оператор должен быть одет в требуемую одежду для чистых помещений;

b) при обращении с образцами оператор должен использовать новую пару чистых нитриловых или латексных перчаток для чистых помещений и использовать пинцеты или вакуумные манипуляторы;

c) если предусмотрено проведение очистки (отмывки), то следует дать возможность образцам остыть и высохнуть перед упаковкой в чистую алюминиевую фольгу;

d) каждый образец отдельно должен быть упакован в фольгу до помещения в контейнер для чистых помещений;

e) следует использовать полиэтиленовые контейнеры, изготовленные в чистом помещении, имеющие сертификат с подробными данными о химическом составе контейнера. Для предотвращения разрывов контейнера толщина его стенок должна быть не менее 80 мкм;

f) контейнер должен быть герметизирован предназначенной для этого липкой лентой с нанесением этикетки на его наружную сторону и надписи, запрещающей открывать контейнер за пределами контролируемой зоны;

g) для предотвращения загрязнения образца частицами следует использовать вторичную упаковку для чистых помещений.

D.2.4.2 Изъятие образца из упаковки

Изъятие образца из упаковки должно производиться при следующих условиях:

a) наружная упаковка (контейнер) должна быть удалена непосредственно перед передачей в зону контроля;

b) не допускается снятие первичной (внутренней) упаковки до поступления образца в зону контроля;

c) при обращении с первичной упаковкой следует использовать полный комплект одежды для чистых помещений, включая капюшон и маску для лица;

d) при работе с образцами следует использовать новую пару чистых нитриловых или латексных перчаток.

D.2.5 Подготовка к проведению анализов

Если методы прямого анализа непригодны, то следует подготовить образец к проведению анализа, используя дополнительную обработку поверхности (см. также рисунок D.3).

Примерами такой обработки являются:

a) полевая ионная (FIB) микроскопия — обработка пучком ионов для образования поперечного разреза в образце в форме острой иглы, который затем анализируется с помощью микроскопа с высокой разрешающей способностью, например сканирующего электронного микроскопа (SEM), трансмиссионного электронного микроскопа (TEM) или сканирующего трансмиссионного электронного микроскопа (STEM).

b) спектроскопия с термической десорбцией (TD) — загрязнения испаряются под действием тепла, затем проводится анализ полученной газовой фазы. Могут применяться следующие методы:

- хромато-масс-спектрометрия термической десорбцией (TD-GC/MS) для неорганических и металлических поверхностей, когда окончательный анализ выполняется с помощью газовой хроматографии и масс-спектрометрии;
- термическая десорбционная спектроскопия (TDS) для работы с H_2, N_2 или CO_2;
- масс-спектроскопия с использованием термической десорбции и измерением интенсивности ионов с помощью квадрупольного масс-спектрометра (TD-QMS);
- масс-спектроскопия с использованием ионизирующего масс-спектрометра с термической десорбцией (TD-API-MS);
- термическая десорбция с пластин (WTD) для полупроводниковых пластин;

c) экстракция растворителями (SE) — для растворения загрязнения на поверхности применяют соответствующий растворитель, образующийся контрольный раствор исследуют одним из следующих методов «влажного» микроанализа:

- растворение с применением растворителя (SD), когда загрязнение и загрязненный материал (поверхность) растворяются на глубину в несколько нанометров (D.2.8);
- разложение парами (VPD), когда загрязнение растворяется при обработке парами плавиковой кислоты, затем полученная паровая фаза анализируется (D.2.8).

D.2.6 Сравнительные методы контроля

Характеристика методов контроля дана в приведенных ниже таблицах, которые не являются исчерпывающими и могут служить лишь в качестве справочного материала. В таблице D.1 приведены прямые методы, в таблице D.2 — косвенные, которые могут требовать предварительной подготовки.

D.2.7 Прямые методы контроля

Основой прямых методов являются комплексные методы *X* / *Y* (например, GC/MS), где *X* — основной метод контроля с хроматографическим разделением и количественной оценкой. Классификация основана на процессе *X* . Процесс *Y* описывает дополнительные функции, например чувствительность масс-спектрометра для каждого хроматографического пика и получение количественной оценки. Может быть получена дополнительная для « *X* » информация, например, массовая хроматограмма или массовый спектр для каждого неопределенного пика.

Таблица D.1 — Прямые методы измерений и области их применения

Метод	Сокращенное обозначение	Принцип работы	Полученная информация	Чувствительность	Разрешающая способность в поперечном сечении, глубине		Вид количественного анализа	Типовые области применения
Электронная Оже-спектроскопия	AES (ЭОС)	Метод электронной спектроскопии с измерением распределения энергии Оже-электронов, отделяющихся от поверхности	Состав структуры	0,1 %	< 10 нм	20 нм	Полуколичественный со стандартными материалами	Характеристика загрязнений поверхности, многослойная структура

Продолжение таблицы D.1

Метод	Сокращенное обозначение	Принцип работы	Полученная информация	Чувствительность	Разрешающая способность в поперечном сечении, глубине		Вид оличественного анализа	Типовые области применения
Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (также известная как электронная спектроскопия для химического анализа)	XPS (или ESCA) (РФЭС)	Метод электронной спектроскопии с измерением распределения энергии фотоэлектронов и оже-электронов, выделяющихся с поверхности при воздействии на нее фотонов рентгеновского излучения	Количественный элементарный анализ и степень окисления	0,1 %	< 10 нм	< 10 нм	Полуколичественный со стандартными материалами	Анализ органических и неорганических материалов или остатков на поверхности; тонкопленочные структуры; измерение толщины оксидной пленки (SiO_2, $Al2O_3$); определение функциональных полимерных групп
Масс-спектрометрия вторичных ионов	SIMS (МСВИ)	Масс-спектрометрия используется для измерения соотношения масса/заряд и выделяющихся вторичных ионов с поверхности после бомбардирования ионами	Элементарный анализ, определение простых неорганических молекул	ppm — ppb	2 нм	30 нм	Количественный для стандартных материалов	Следы загрязнений на поверхностях, тонкие пленки, многослойные структуры с границами раздела; оценка структуры и загрязненности тонких пленок
Время-пролетная масс-спектрометрия вторичных ионов	TOF-SIMS	Аналогичнен SIMS	Элементарный и молекулярный анализ	ppm — ppb	< 5 нм	< 0,2 нм	Полуколичественный для стандартных материалов	Микроанализ органических и неорганических материалов; массовый спектр непосредственно с поверхности, наличие ионов на поверхности
Сканирующая (растровая) электронная микроскопия	SEM (РЭМ)	Высокоэнергетическая микроскопия с использованием сфокусированного сканирующего электронного пучка для получения изображения	Структура и морфология	—				Характеристика топографии микроструктуры поверхности, размеров зерен, оксидов (оксидной пленки) и загрязнений
Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия	SEM EDX	Аналитическая методика, которая использует охлаждаемый детектор для обнаружения и измерения эмиссионных рентгеновских импульсов при электронном возбуждении (SEM)	Элементарный анализ. Может применяться совместно с оборудованием для получения изображения	0,1 %	≈ 1 мкм	≈ 1 мкм	Да	Элементарный микроанализ

Продолжение таблицы D.1

Метод	Сокращенное обозначение	Принцип работы	Полученная информация	Чувствительность	Разрешающая способность в поперечном сечении, глубине		Вид количественного анализа	Типовые области применения
Рентгенофлуоресцентная спектроскопия с полным внешним отражением	TXRF	Рентгеновский спектрометр, измеряющий распределение энергии флуоресценции. Эмиссионное рентгеновское излучение от облученной первичным рентгеновским облучением поверхности при условии полного внешнего отражения	Количественный элементарный анализ	10 ppb	1 нм	1 мм	Количественный для стандартных материалов	Количественный элементарный анализ неизвестных образцов, загрязнений металлических поверхностей или полупроводниковых пластин, определение состава бинарных пленок
Инфракрасная Фурье-спектроскопия (ИК-Фурье спектроскопия)	FTIR (Фурье-ИКС)	Измерение для ИК-спектров поглощения, когда спектрометр применяется для определения энергии ИК-излучения	Анализ химических связей и молекулярной структуры	10^{-19} атомов С/м^2	0,1 — 2,5 мкм	10 — 100 мкм	Количественный для стандартных материалов	Определение молекулярной структуры органических соединений, пленок, частиц, порошков, жидкостей; определение содержания О или Н в кремниевых (Si) пластинах; определение содержания Н в пластинах нитрида кремния SiN
ИК-Фурье спектроскопия многократного внутреннего отражения	MIR-FTIR	Опционально модифицированная версия ИК-Фурье спектроскопии; ИК-лучи с низким углом падения отражаются множество раз между прозрачной для ИК-излучения призмой и поверхностью материала для лучшей возможности обнаружения	То же	Менее 10^{-18} атомов С/м^2	То же			
Кварцевые микровесы	QCM	Прибор, в котором при конденсации газов на пьезоэлектрических кварцевых кристаллах происходит снижение частоты колебаний данных кристаллов в линейной зависимости частоты колебаний от массы осевших газов	Измерение молекулярного потока	нг\см^2-Гц	—	—	Частота вибрации сравнивается с материалами известной концентрации	Тонкая пленка осевших на поверхности кварцевого сенсора газообразных загрязнений

Окончание таблицы D.1

Метод	Сокращенное обозначение	Принцип работы	Полученная информация	Чувствительность	Разрешающая способность в поперечном сечении, глубине		Вид количественного анализа	Типовые области применения
Датчик на поверхностных акустических волнах	SAW	Прибор, в котором при конденсации газов на пьезоэлектрических кварцевых кристаллах происходит снижение частоты колебаний данных кристаллов в линейной зависимости частоты колебаний от массы осевших газов	Измерение молекулярного потока	0,01 нг/см^2 · Гц	—	—	Акустическая волна сравнивается с волной материала известной концентрации	Тонкая пленка осевших на поверхности датчика газообразных загрязнений
Атомно-силовой микроскоп	AFM		Форма и размер молекул	—				Визуальное изображение
Дисперсионная рентгеновская спектроскопия по длине волны	SEM-WDX	Измерение длины волны рентгеновского излучения элемента с порядковым номером лития; измерение длины волны рентгеновского излучения элементов с порядковым номером больше лития при воздействии на образец пучка электронов (SEM-воздействия)	Распределение элементов может быть получено совместно с изображением (SEM, TEM, STEM и пр.)	—				Визуальное изображение

Примечание — Разрешение и чувствительность — два независимых параметра. Разрешение зависит от концентрации загрязнения на образце. На чувствительность может влиять площадь отбора пробы.

Таблица D.2 — Косвенные методы измерений и области их применения

Метод	Сокращенное обозначение	Принцип работы	Полученная информация	Типовая чувствительность	Типовые области применения количественного анализа	
Хромато-масс-спектрометрия с термической десорбцией	TD-GC/MS	Загрязнения с поверхности материала термически десорбируются и концентрируются в специальной абсорбционной колонке. Затем данные концентраты поступают на газовый хроматограф/масс-спектрометр	Количественный молекулярный анализ	10 нг/м^2	Количественный для стандартных материалов	Анализ следовых количеств органических смесей; оценка загрязнений на кремниевых пластинах (термическая десорбция с пластины с последующей хромато-масс-спектрометрией)
Ионная хроматография/масс-спектрометрия с применением растворителя	SD-IC/MS	Загрязнения с поверхности материала растворяют в соответствующем растворителе, при необходимости раствор концентрируют. Определенное количество раствора вводят в ионный хроматограф/масс-спектрометр	Количественный ионный анализ	10 нг/м^2	Количественный для стандартных материалов	Анализ следовых количеств ионных загрязнений; оценка количества растворимых ионных компонентов порошков, инкапсулирование соединений после подготовки пробы с помощью перегонки
пектрометрия ионной подвижности с термической десорбцией	TD-IMS	Загрязнения с поверхности материала подвергают термической десорбции и вводят в спектрометр подвижности ионов. Загрязнения разбиваются -лучами на ионизированные фрагменты, которые разделяются в соответствии с их ионной подвижностью. Затем ионы обнаруживаются с помощью квадрупольного масс-анализатора	—	ppb в газовой фазе 1 мкм/м^2	Количественный для стандартных материалов	Аммиак и органические загрязнения на поверхности материала
Капиллярный электрофорез с последующей масс-спектрометрией с растворением проб в растворителе	SD-CE/MS	Загрязнения растворяют в соответствующем растворителе и исследуют методом капиллярного электрофореза (CE). Загрязнения разделяются в соответствии с их электрическими свойствами и определяются с помощью масс-спектрометра.	—	200 нг/м^2	—	—

Окончание таблицы D.2

Метод	Сокращенное обозначение	Принцип работы	Полученная информация	Типовая чувствительность	Типовые области применения количественного анализа	
Высокоэффективная жидкостная хроматография с растворением пробы в растворителе	SD-HPLC	Загрязнения растворяют в соответствующем растворителе и исследуют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии для разделения смеси и определения отдельных соединений	—	2000 нг/м^2	Количественный для стандартных материалов	Определение экстрагируемых органических компонентов
Газовая хроматомасс-спектрометрия с растворением пробы в растворителе	SD-GC/MS	Загрязнения с поверхности материала растворяют в соответствующем растворителе. Часть раствора исследуют с помощью газового хроматомасс-спектрометра	—	от 500 нг/м^2 до 10000 нг/м^2	—	—
Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой с разложением парами плавиковой кислоты	VPD-ICP/MS (ИПС-МС)	Пары фтороводородной (плавиковой) кислоты конденсируется на поверхности для растворения оксида кремния (SiO_2) вместе с загрязнениями. Плавиковая кислота вместе с загрязнениями формирует капли на поверхности, ставшей в результате гидрофобной. Полученные капли кислоты передают соответствующим способом для исследования методом ICP/MS.	Количественный элементарный анализ	10^{-14} атомов/м^2		Анализ ультраследовых количеств металлических загрязнений на кремниевых пластинах

D.2.9 Отбор образцов (проб), анализ и контроль качества

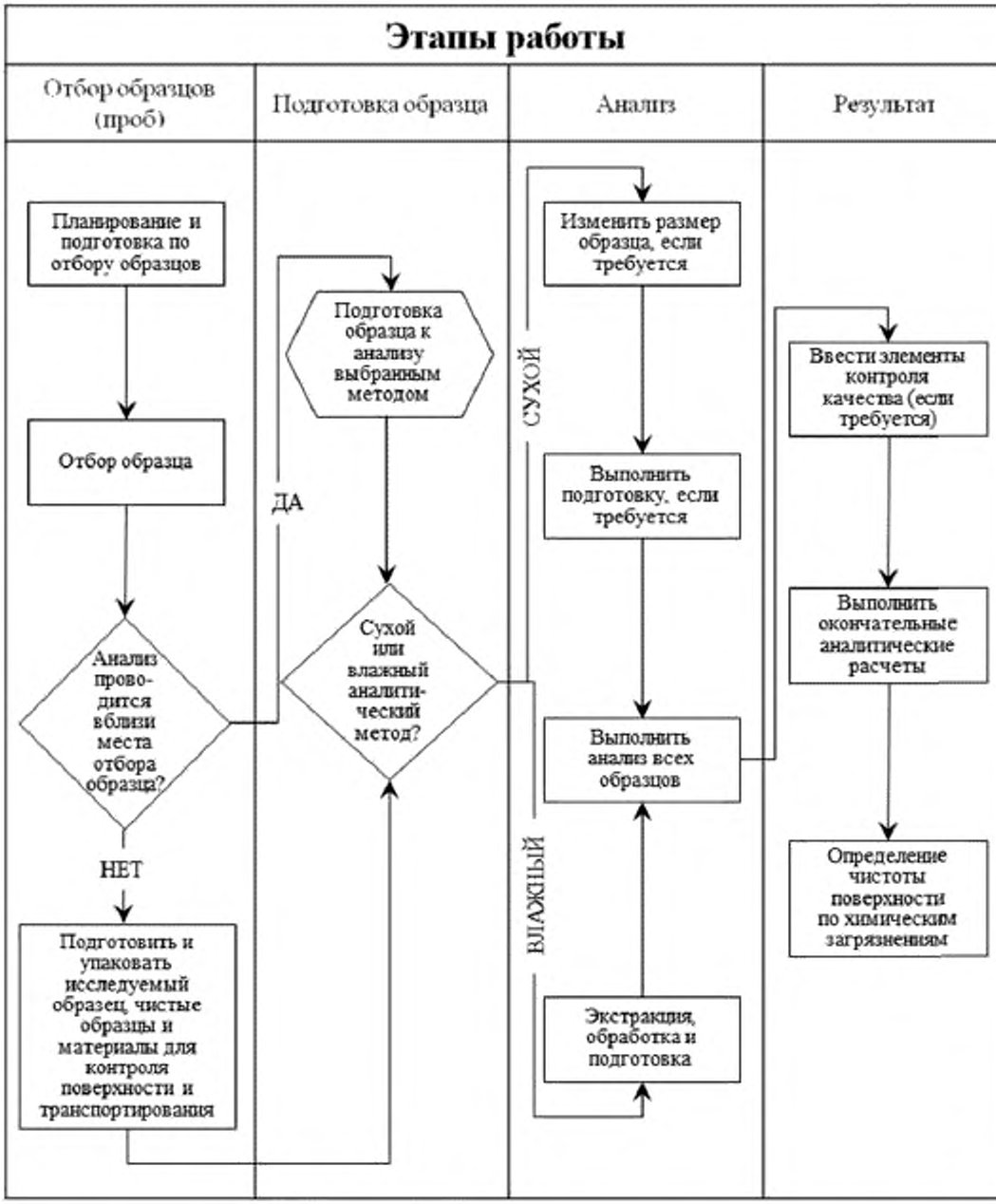


Рисунок D.3 — Схема отбора образцов (проб), анализа и контроля качества

D.2.10 Аналитический контроль качества

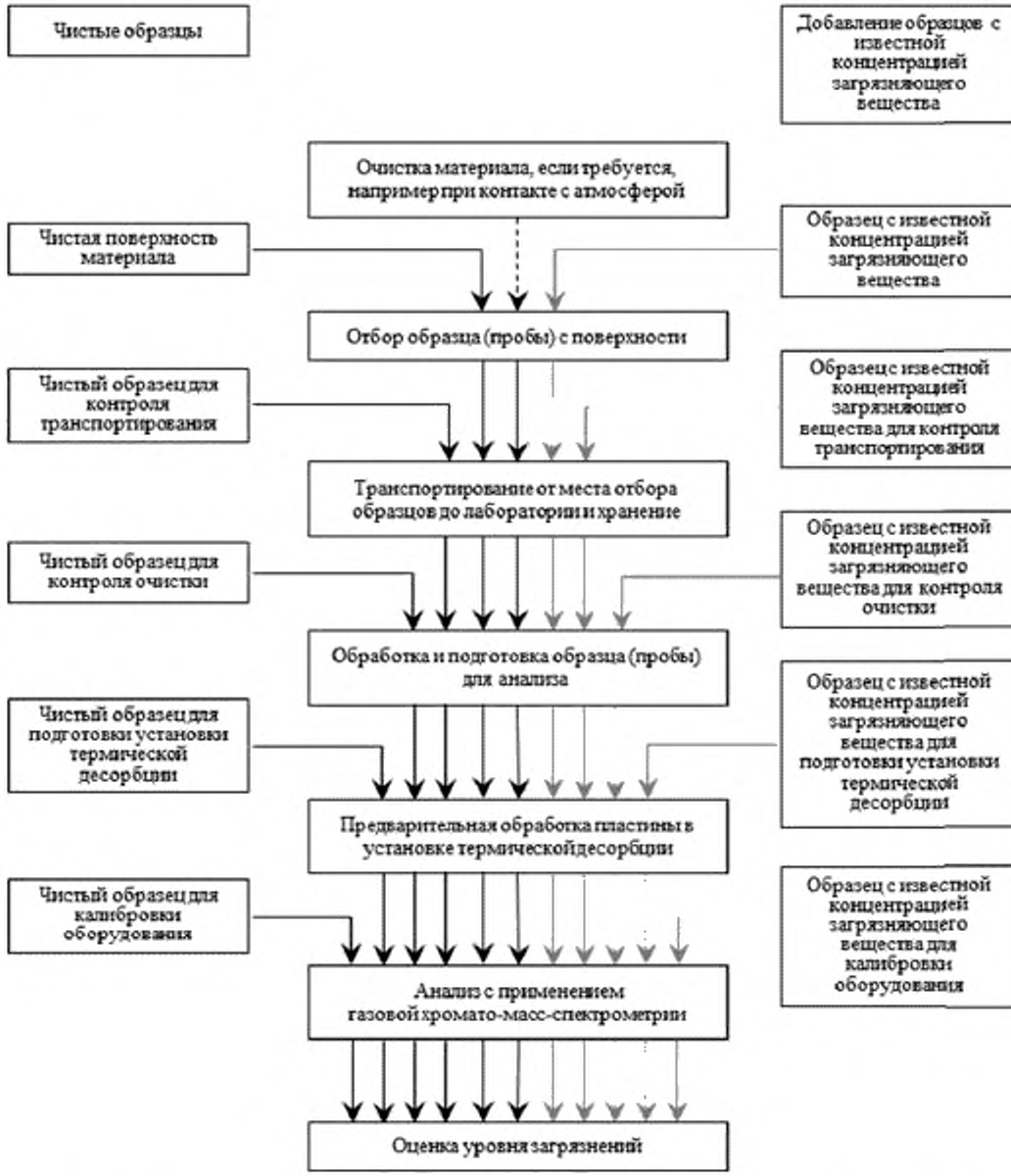


Рисунок D.4 — Схема контроля качества кремниевой пластины с применением хромато-масс-спектрометрии с термической десорбцией (TD-GC/MS)

Как правило, образцы с известной концентрацией загрязняющего вещества используются на критических этапах отбора проб и анализа для контроля работоспособности метода или количественной оценки отклонений на стадиях подготовки и анализа. Аналитический метод позволяет определить уровни концентрации в образцах с известной концентрацией, используемых на каждом этапе. В приведенном примере для кремниевой пластины интенсивность и хроматограмма полного ионного тока (TIC) образца с известной концентрацией загрязняющего вещества, применяемого для подготовки установки термической десорбции, должна быть такой же, как и в ка-

либровочном стандарте, для того же добавленного количества в пределах требуемого диапазона надежности. Например, образец 100 нг загрязнений, вводимый в установку термической десорбции, эквивалентен калибровочному стандарту 100 нг по интенсивности и хроматограмме полного ионного тока [14].

Приложение Е
(справочное)

Протокол контроля чистоты

В таблице Е.1 приведен пример протокола контроля. Возможны другие варианты по согласованию заказчика с поставщиком.

Таблица Е.1 — Пример протокола контроля чистоты поверхности по концентрации химических загрязнений

Общие данные Наименование: Дата: Организация (лицо, проводящее контроль): Заказчик:
Условия окружающей среды/чистых помещений Температура: Относительная влажность: Места проведения контроля:
Ссылки на стандарты и руководства:
Образец Данные об оборудовании и его обозначение: Обозначение объекта контроля:
Подготовка к контролю (фотография и/или эскиз) Описание эксплуатационных параметров: Указание точек и методов контроля:
Контрольные приборы Номер прибора: Диапазон измерений, разрешающая способность и пределы обнаружения: Ссылка на сертификат калибровки:
Выполнение контроля Методы контроля: Сделанные наблюдения, если необходимо: Время отбора пробы (образца) и длительность контроля:
Данные о чистоте воздуха по частицам и наночастицам, если необходимо:
Результаты контроля Полученные величины и/или их анализ: Осмотр контролируемой поверхности до и после контроля, где это возможно:

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта или действующего в этом качестве межгосударственного стандарта
ИСО 14644-1	IDT	ГОСТ ИСО 14644-1–2002 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха»
ИСО 14644-6:2007	IDT	ГОСТ Р ИСО 14644-6–2010 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 6. Термины и определения»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] ISO 14644-8 Cleanrooms and associated controlled environments — Part 8: Classification of air cleanliness by chemical concentration

[2] ISO 14644-9 Cleanrooms and associated controlled environments — Part 9: Classification on surface cleanliness by particle concentration

[3] ISO 18115-1 Surface chemical analysis — Vocabulary — Part 1: General 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 determination 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 Cleaning: Fundamentals and Applied Aspects*, (Kohli R. & Mittal K. L. eds.). William 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 Chemical 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, tetra- through 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-Water Measurement of Molecular Contaminants. In: *Contamination-Free Manufacturing for Semiconductors and Other Precision Products*, (Donavan R. P. ed.). M. Dekker Press, New York, 2001, 117-48.

УДК 543.275.083:628.511:006. 354	ОКС 13.040.01; 19.020	Т 58	ОКП 63 1000 94 1000

Ключевые слова: чистые помещения, контролируемые среды, классификация чистоты, поверхность, частицы, химические загрязнения

Подписано в печать 02.12.2014. Формат 60x84⅛.
Усл. печ. л. 4,07. Тираж 35 экз. Зак. 5162

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru