

# 团 体 标 准

T/CNIA XXXX—XXXX

## 半导体洁净室 水溶性空气分子污染物 (AMC) 的测定 离子色谱法

Semiconductor cleanrooms - Determination of water-soluble airborne molecular  
contamination (AMC) - ion chromatography

(预审稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国有色金属工业协会  
中国有色金属学会

发布



## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本标准由全国半导体设备和材料标准化技术委员会(SAC/TC 203)与全国半导体设备和材料标准化技术委员会材料分会(SAC/TC 203/SC2)共同提出并归口。

本标准起草单位：中环领先半导体科技股份有限公司，天津中环半导体股份有限公司、山东有研半导体材料有限公司、洛阳中硅高科技有限公司、江苏鑫华半导体科技股份有限公司、新疆协鑫新能源材料科技有限公司、江苏中能硅业科技发展有限公司、上海新昇半导体科技有限公司、青海芯测科技有限公司、新特能源股份有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、杭州中欣晶圆半导体股份有限公司、上海晶盟硅材料有限公司、江苏环鑫半导体有限公司、四川永祥新能源有限公司...

本标准主要起草人：李春阳、吴倩、由佰玲、孙燕、张园园、孔令群、赵娟龙、张锦梅、王春明、冯天、薛心禄、邱艳梅、刘国霞、张锦梅、徐新华、顾广安、杨玉聪、徐顺波...

# 半导体洁净室 水溶性空气分子污染物（AMC）的测定

## 离子色谱法

### 1 范围

本文件描述了测定半导体洁净室空气分子污染物（AMC）中水溶性阴离子（ $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_4^{2-}$ ）及阳离子（ $Li^+$ 、 $Na^+$ 、 $NH_4^+$ 、 $K^+$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $Ca^{2+}$ ）的离子色谱仪测定方法。

本文件适用于半导体洁净室水溶性空气分子污染物（AMC）中上述阴阳离子的测定。

### 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 11446.1 电子级水

GB/T 14264 半导体材料术语

GB/T 25915.1-2021 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度

GB/T 25915.6-2010 洁净室及相关受控环境 第6部分：词汇

GB/T 25915.8-2021 洁净室及相关受控环境 第8部分：按化学物浓度划分空气洁净度（ACC）等级

HJ 84-2016 水质 无机阴离子（ $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_3^{2-}$ 、 $SO_4^{2-}$ ）的测定 离子色谱法

HJ 800-2016 环境空气 颗粒物中水溶性阳离子（ $Li^+$ 、 $Na^+$ 、 $NH_4^+$ 、 $K^+$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $Ca^{2+}$ ）的测定 离子色谱法

### 3 术语和定义

GB/T 14264、GB/T 25915.1、GB/T 25915.6、GB/T 25915.8界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

##### 水溶性空气分子污染物

半导体洁净室空气中，可被水吸收，并且能够以离子的形式稳定存在的一类空气分子污染物（AMC）

### 4 方法原理

用纯水作吸收液吸收半导体洁净室空气中的水溶性空气分子污染物，将形成含有待测阴离子与阳离子的试样注入离子色谱仪进行分离测定。用电导检测器检测，根据保留时间定性，峰面积或峰高定量。

### 5 干扰因素

- 5.1 保留时间接近的两种离子，当浓度相差较大而影响低浓度离子测定时，可调节流速、改变淋洗液配比等方式消除干扰。
- 5.2 样品中的某些疏水性化合物可能会影响色谱分离效果及色谱柱的使用寿命，可采用RP柱或C18柱处理消除或减少其影响。
- 5.5 吸收液对测试结果存在影响，本方法使用的吸收液为超纯水。
- 5.6 器皿的元素析出会对结果造成影响，必要时冷藏（6℃-12℃）运输保存，并于7天内完成测试。
- 5.7 采样区域的环境会影响测试结果，应在GB/T 25915.1-2021 6级及以上区域采样，防止环境颗粒溶解吸收液中堵塞仪器进样管。

## 6 试剂和材料

### 6.1 实验用水

电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ （25℃），新制备的去离子水。

### 6.2 硝酸

浓度：55%~70%，金属离子含量不大于10ng/L。

### 6.3 标准溶液

使用有证多元素溶液标准物质或按照HJ 84-2016、HJ 800-2016规定制备，互有化学干扰、产生沉淀及互有色谱干扰的元素应分组配制（可按照表1）。

表1 各种元素分组配置表

组别	元素和浓度	介质
阴离子标准溶液	F <sup>-</sup> 、Cl <sup>-</sup> 、Br <sup>-</sup> 、NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 、PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> 、SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 各离子浓度为10.0mg/L	水
阳离子标准溶液	Li <sup>+</sup> 、Na <sup>+</sup> 、K <sup>+</sup> 、Mg <sup>2+</sup> 、Ca <sup>2+</sup> 各离子浓度为10.0mg/L	水
铵根标准溶液	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 离子浓度为1000mg/L	水

### 6.4 阴离子淋洗液

根据仪器型号及色谱柱说明书使用条件进行配制。以下给出的淋洗液条件供参考。

6.4.1 碳酸盐淋洗液（I）：c（Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>）=3.2mmol/L，c（NaHCO<sub>3</sub>）=1.0mmol/L。

准确称取0.6784g碳酸钠和0.1680g碳酸氢钠，分别溶于适量水中，全量转入2000mL容量瓶中，用水稀释定容至标线，混匀。

6.4.2 使用市售有证物质稀释配制。

### 6.5 阳离子淋洗液

6.5.1 阳离子淋洗液（I）：c（HNO<sub>3</sub>）=0.4‰。

移取0.4mL硝酸（35%）于1000mL容量瓶中，用水稀释定容至标线，混匀。

6.5.2 阳离子淋洗液（II）：c（HNO<sub>3</sub>）=1.7mmol/L，c（吡啶二羧酸）=1.7mmol/L

6.5.3 使用市售有证物质稀释配制。

## 7 仪器和设备

7.1 离子色谱仪：由离子色谱仪、操作软件及所需附件组成的分析系统。

7.1.1 阴离子色谱柱：阴离子分离柱和阴离子保护柱。一次进样可测定本方法规定的阴离子。

7.1.2 阴离子抑制器。

7.1.3 阳离子色谱柱：阳离子分离柱和阳离子保护柱。一次进样可测定本方法规定的阳离子。

7.1.4 电导检测器。

7.2 空气采样泵：流量0.050L/min~5.00L/min，或其他可以满足采样体积。

7.3 一次性注射器：10mL。

7.4 移液器：10 μL~100 μL、100 μL~1000 μL。

7.5 由聚丙烯（PP）或其他可清洗且对测试结果无影响的材料制成的，用于储存、收集溶液的器皿。

7.5.1 冲击式吸收瓶：容量30mL~100ml。

7.5.2 储液瓶：容量100ml。

7.5.3 样品管：容量5~20ml（视设备配置的自动进样器而定）。

## 8 测试环境

8.1 洁净度：符合 GB/T 25915.1-2021 5 级以上洁净室；

8.2 温度：20℃±5℃；

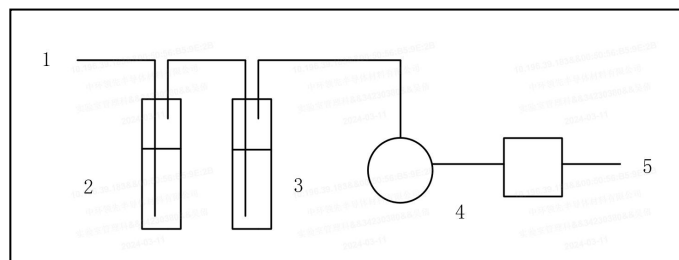
8.3 湿度：45%±10%。

## 9 样品

### 9.1 样品制备

#### 9.1.1 AMC 吸收溶液制备

如图1所示：在大气采样系统（空气采样泵）前串联两支内装50mL吸收液（纯水）的冲击式吸收瓶，连接管应尽可能短并检查系统的气密性和可靠性；将采样系统放在规定采样点等速采样，采样点设置可根据测量目的设置，也可参考洁净室颗粒采样规则设定；选择采样流速（0.2~3.0）L/min，采集时间（0.5~24）h，控制空气采样体积在100L~500L之间；记录采样点温度、湿度、采样时间、采样流速等。采样完毕，将两支冲击式吸收瓶内溶液倒入100ml储液瓶混合后密封待测。



1——空气采集口；2、3——吸收液；4——大气采集系统；5——废气。

图1 采样装置示意图

### 9.1.2 空白溶液制备

每次采集样品应至少带一套全程序空白样品。制作方法为：将装好吸收液的吸收瓶带至采样现场，不进行空气采集，和采集样同步静置，静置过程中需保证样品瓶处于密闭状态。结束后将两份溶液混合后密封，带回实验室待测。

### 9.2 样品运输和保存

采集的吸收溶液及空白溶液应做密封处理，避免倾倒和剧烈摇晃，必要时冷藏（6℃-12℃）运输保存，并于7天内完成测试。

## 10 分析步骤

### 10.1 仪器准备

根据仪器说明书优化测量条件或参数。见表2：

表 2 测量条件参考表

组别	淋洗液	流速	检测器	进样量
阴离子分离柱	阴离子淋洗液（6.4）	0.7 ml/min	抑制性电导检测器	2000 μL
阳离子分离柱	阳离子淋洗液（6.5）	0.9 ml/min	非抑制性电导检测器	2000 μL

### 10.2 标准曲线的绘制

利用自动配液装置或进行手动配制系列标准溶液，配制成5个不同浓度的混合标准系列，标准系列质量浓度参考表3。可根据被测样品的浓度确定合适的标准系列浓度范围，按其浓度由低到高的顺序依次注入离子色谱仪进行测定，记录峰面积（或峰高），以各离子的质量浓度为横坐标，峰面积（或峰高）为纵坐标，绘制标准曲线。

表 3 离子标准系列质量浓度

离子名称	标准系列浓度（μg/L）				
	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
F <sup>-</sup>	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
Cl <sup>-</sup>	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
Br <sup>-</sup>	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
Li <sup>+</sup>	2.5	5.0	10	25	50
Na <sup>+</sup>	2.5	5.0	10	25	50
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	2.5	5.0	10	25	50
K <sup>+</sup>	2.5	5.0	10	25	50

Mg <sup>2+</sup>	2.5	5.0	10	25	50
Ca <sup>2+</sup>	2.5	5.0	10	25	50

### 10.3 试样的测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件和步骤，将AMC吸收溶液（9.1.1）和空白溶液（9.1.2）分别转入两只样品管内，使用自动进样或者手动进样的方式注入离子色谱仪定量环，进行样品的测定。如果样品浓度高于标准曲线最高点浓度，可将样品稀释后测定，同时记录稀释倍数。

### 10.4 测定次数

至少独立地测定2次，取2次测试结果的算术平均值。

## 11 结果计算与表示

11.1 按照公式计算环境空气AMC中各阴阳离子的浓度（ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ）：

$$C = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times D}{v \times 60 \times h}$$

式中：

C---环境空气AMC中水溶性离子的浓度，单位为微克每立方米（ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ）；

$c_1$ ---由标准曲线测试AMC吸收溶液的离子浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；

$c_0$ ---实验室空白试样中离子质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；

V---吸收液体积，单位为毫升（ml）；

D---试样稀释倍数；

v---采样流速，单位为升每分钟（L/min）；

h---采样时间，单位为小时（h）。

11.2 当样品含量小于  $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$  时，结果保留至小数点后三位；当样品含量大于或等于  $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$  时，结果保留三位有效数字。

## 12 精密度

7家实验室，分别在同一个采样点位平行采样3次，计算3个样的相对标准偏差RSD，其中阴离子测试值在  $0 \sim 2.943 \mu\text{g}/\text{m}^3$  之间，RSD范围：3.4%-55.6%；阳离子测试值在  $0 \sim 29.751 \mu\text{g}/\text{m}^3$  之间，RSD范围：1.7%-65.3%。

## 13 试验报告

试验报告一般包括以下内容：

- 试验样品：采样点位和名称；
- 试验环境：温度、湿度等；
- 试验设备：仪器名称；
- 试样信息：采样体积、采样时间、采样流速；
- 试验结果：标准曲线、样品浓度、稀释倍数等；



- g) 试验人员及日期;
  - h) 本文件编号;
  - i) 其他。
-