



中华人民共和国国家标准

GB/T 25915.12—2021/ISO 14644-12:2018

洁净室及相关受控环境 第 12 部分： 监测空气中纳米粒子浓度的技术要求

Cleanrooms and associated controlled environments—Part 12: Specifications for
monitoring of air cleanliness by nanoscale particle concentration

(ISO 14644-12:2018, IDT)

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

引言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 监测 3

5 检测报告 3

附录 A (资料性) 以凝结粒子计数器进行监测的参照方法 5

附录 B (资料性) 粒子计数效率和分割粒径 8

参考文献 10

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12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 14644-12:2018《洁净室及相关受控环境 第12部分：监测空气中纳米粒子浓度的技术要求》。

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：中天道成（苏州）洁净技术有限公司、中国电子工程设计院有限公司、苏州苏信环境科技有限公司、苏州市计量测试院、江苏苏净工程建设有限公司、江苏嘉合洁净科技有限公司、中国标准化协会、国家纳米科学中心、中国合格评定国家认可中心、南京天加环境科技有限公司、美埃（中国）环境科技股份有限公司、中电投工程研究检测评定中心有限公司、吴江市华宇净化设备有限公司、常州祥明智能动力股份有限公司、北京恒泰建业工程项目管理有限公司、贺氏（苏州）特殊材料有限公司。

本文件主要起草人：王尧、姜伟康、蔡杰、孙玉澄、王其祥、王大千、姜皓遐、朱兰、翟传明、蒋乃军、邴绍同、石小雷、高正、吴小泉、叶伟强、张敏、董玉平、郝胤博、惠旅峰、肖轶群。

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。
- 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。

洁净室及相关受控环境将污染物控制在适当的水平,以便完成对污染敏感的活动。航空航天、微电子、制药、医疗器械、食品、医疗卫生等行业的产品和工艺受益于对悬浮污染物的控制。

GB/T 25915.3—2010 仅限于粒径大于 100 nm 的粒子分级。但在这个文件中包含小于 100 纳米粒子的资料性内容,且将小于 100 nm 的粒子称为超微粒子,而不是本文件所称的纳米粒子。

纳米技术是最近才形成的领域,一般涉及大约 1 nm~100 nm 尺寸范围的物质。为改善产品的性能,其特征尺寸越来越小成为其趋势,如微电子及与健康有关的许多工业,现已生产纳米尺度的产品。

有关粒径特性的背景性文献见参考文献[1]~[18]。

洁净室及相关受控环境 第 12 部分： 监测空气中纳米粒子浓度的技术要求

1 范围

本文件给出了监测粒径限值不超过 $0.1\ \mu\text{m}$ ($100\ \text{nm}$) 的“纳米尺度”粒子浓度的技术要求。

本文件给出的监测技术要求主要用于“动态”。

注 1：本文件提及的“纳米尺度粒子”是指所有在 1 维上(纳米片)、2 维上(纳米纤维)或 3 维上(纳米粒子)具有纳米尺度的纳米物质。

注 2：请注意，洁净室内粒子的实际特性是由粒子的来源及其物理特性所决定的。

注 3：本文件未考虑健康与安全事项。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 在以下网址维护用于标准化的术语数据库：

——IEC Electropedia：可从 <https://www.electropedia.org/> 获取；

——ISO 在线浏览平台：可从 <https://www.iso.org/obp> 获取。

3.1 通用

3.1.1

洁净室 cleanroom

空气悬浮粒子浓度受控并分级的房间，其设计、建造到运行均使进入、产生、滞留于房间的粒子受控。

注 1：规定了按空气悬浮粒子浓度划分的级别。

注 2：也可对影响洁净度等级的其他因素，如空气中化学物、微生物或纳米尺度粒子浓度等，以及影响表面洁净度等级的其他因素，如粒子、纳米粒子、化学物或微生物浓度等，作出规定并进行控制。

注 3：温度、湿度、压力、振动和静电等相关的物理参数，也可按要求受控。

[来源：GB/T 25915.1—2021, 3.1.1]

3.1.2

洁净区 clean zone

空气悬浮粒子计数浓度受控并分级的限定空间。其建造和运行使进入、产生和滞留于空间的粒子受控。

注 1：空气悬浮粒子浓度的级别已确定。

注 2：也可以对影响洁净度等级的其他因素，如空气中化学物、微生物或纳米尺度粒子浓度等，以及影响表面洁净度等级的其他因素，如粒子、纳米粒子、化学物或微生物浓度等，作出规定并进行控制。

注 3：洁净区可以是限定于洁净室内的空间，也可用隔离装置实现。隔离装置既可设在洁净室内也可在洁净室外。

注 4：温度、湿度、压力、振动和静电等相关的物理参数，也可按要求受控。

[来源：GB/T 25915.1—2021, 3.1.2]

3.2 尺寸

3.2.1

纳米尺度 nanoscale(nanometer scale)

尺寸范围约在 1 nm~100 nm。

注：在此尺寸范围内粒子的特性一般不是从较大尺寸的推导而得，但也并非绝对。

[来源：ISO/TS 80004-2:2015, 2.1]

3.2.2

分割粒径 particle size cutoff

D_{50}

计数效率为 50% 的粒径。

注：计数效率解释见附录 B。

3.3 空气中的粒子

3.3.1

纳米粒子 nanoparticle(nanometer particle)

所有外尺寸均为纳米尺度(3.2.1)、最长轴与最短轴没有显著差别的纳米物体。

注：若纳米物质的最长轴线与最短轴线差别显著(一般大于 3 倍)，倾向于使用术语纳米棒或纳米片，而不用纳米粒子。

[来源：ISO/TS 80004-2:2015, 4.4]

3.3.2

粒径分布 particle size distribution

以累积分布表示的粒子浓度与粒径的函数关系。

[来源：GB/T 25915.1—2021, 3.2.4]

3.3.3

气溶胶 aerosol

悬浮于气体中的固体的或液体的粒子系统。

[来源：ISO 15900:2009, 2.1]

3.4 占用状态

3.4.1

动态 operational

洁净室(3.1.1)或洁净区(3.1.2)设施按议定方式运行，且有规定数量的人员按议定方式工作的状态。

[来源：GB/T 25915.1—2021, 3.3.3]

3.5 测量仪器

3.5.1

凝结粒子计数器 condensation particle counter;CPC

测量气溶胶(3.3.3)粒子数量浓度的仪器。

注 1：探测的粒径一般介于几纳米到几百纳米之间。

注 2：CPC 可与差分电迁移率分析仪 (DEMC) 一起使用的探测器。

注 3：在某些情况下，凝结粒子计数器也可称为凝结核计数器 (condensation nucleus counter, CNC)。

[来源：ISO 15900:2009, 2.5]

3.5.2

计数效率 counting efficiency

给定粒径范围内读出的粒子浓度与实际粒子浓度之比。

[来源：GB/T 25915.3—2010, 3.6.5]

4 监测

4.1 概述

就测量而言，唯一重要的粒子特性是其“当量直径”。

4.2 原理

需方规定的监测限值和要求，是根据需方和供方的商定，按规定测试方法进行测试并提供测试结果与测试条件的文件来验证的。见 GB/T 25915.2—2021 中附录 A，它规定了以预期使用的风险评估为依据的监测计划的要求。所获得的数据提供了洁净室与纳米粒子浓度有关的性能的佐证。

4.3 方法

为监测空气中的纳米尺度粒子，用 CPC 对空气中纳米尺度粒子计数最有效。使用 CPC 进行监测的标准方法见附录 A。按纳米尺度粒子监测空气洁净度的方法，应给出系统性的计划、良好定义了步骤、阐明评估如何实施。一般来说，设施的告警值和行动值依据的是风险评估。如果供方和需方有要求，则可协商订立限值。

计数方法的标准内容应包括：

- 待测的纳米尺度粒径；
- 采样和分析对时间的相关性；
- 采样量；
- 采样点位置；
- 样本数量；
- 工艺/产品的关键性；
- 洁净区设计/平面图。

至少与 CPC 测量具有可比性能的其他方法和仪器也可做出规定。如若没有规定的或商定的其他替代方式，则使用此标准方法。

应使用校准过的仪器实施符合性验证测试。

5 检测报告

每个洁净区的检测结果应记录下来并以综合报告提交。数据总结要包括不良趋势监测数据的审核，运行水平，与 4.2 规定的监测计划相符的调查要求。

检测报告应包括如下内容：

- a) 检测机构的名称、地址和检测日期；
- b) 本文件编号，如 GB/T 25915.12—2021；

- c) 清楚标明所测洁净区的具体位置(必要时以邻近区域作参照),并标明所有采样点的具体坐标;
- d) 洁净区所规定的标识方法,相应的占用状态,关注粒径;
- e) 对所用检测方法的详细说明,包括特殊的检测条件以及与规定检测方法的偏离之处;检测仪器的型号,仪器当前的校准证书:
 - 1) CPC 及粒径分割装置(如使用)的识别,以及校准状态;
 - 2) 待报告的纳米尺度粒子的粒径低限值;
 - 3) 使用 CPC 时它的零计数率;
 - 4) 所要求的分割粒径装置性能数据;
 - 5) 测量类型:纳米尺度粒子浓度测量或监测;
 - 6) 纳米尺度粒子测量系统的采样口和采样体积流量;
- f) 检测结果,包括每个采样点的粒子浓度数据。

附录 A

(资料性)

以凝结粒子计数器进行监测的参照方法

A.1 原理

使用 CPC 仪器在指定的采样位置,测定空气中大于或等于规定粒径的纳米尺度粒子浓度。

A.2 仪器要求

A.2.1 CPC 仪器

该仪器应具有显示或记录空气中悬浮纳米尺度粒子数量的手段,其粒径分辨能力使其可对适当粒径范围内的纳米尺度粒子的总浓度进行检测。

A.2.2 凝结粒子计数器(CPC)

该仪器对被采集到的、因超饱和蒸气凝结在粒子核上而形成的全部液滴进行计数,生成大于或等于 CPC 粒子下限的粒子浓度累计值。凝结粒子计数器的技术条件示例见表 A.1。仪器的技术条件应由供应商提供并被用户认可。

表 A.1 凝结粒子计数器技术条件

项目	技术条件
浓度上限	$>3.5 \times 10^8 \text{ m}^{-3}$
分割粒径(D_{50})	视具体应用情况,例如 $D_{50} = 0.01 \text{ }\mu\text{m}$
计数准确度	低于浓度上限时: $\pm 10\%$
读数稳定性的环境条件	温度范围: $10\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 相对湿度: $0\% \sim 90\%$ 无凝结 环境压力: $75 \text{ kPa} \sim 105 \text{ kPa}$ ($0.75 \text{ atm} \sim 1.1 \text{ atm}$)
流量稳定性	在指定的温度、相对湿度、压力下进行测试时,流量为规定流量的 $\pm 10\%$
校准周期	最长 12 个月
虚计数误差	虚计数宜小于需方同意的最大允许浓度的 $1/3$
计数效率	使用蔗糖纳米粒子或银纳米粒子。粒径下限: $50\% \pm 10\%$; 5 倍粒径下限: $>85\%$; 0.5 倍粒径下限: $<25\%$ (见图 B.1)

A.2.3 仪器校准

仪器应具有有效的校准证书。校准频度和校准方法宜依据当前所认可的规范(见 ISO 27891)。

A.3 粒子计数效率和分割粒径

粒子计数效率和分割粒径方面的内容见附录 B。

A.4 预检测条件

A.4.1 检测准备

检测之前宜验证洁净区或相关受控环境保持其整体密闭性的各个方面都是完整的,其功能符合性能技术条件。GB/T 25915.3—2010 提及到这类验证,举例来说包括下列数据:

- a) 气流测试(例如风量、风速、单向流均匀度);
- b) 空气压差测试;
- c) 整体密封性检漏;
- d) 已安装过滤器检漏。

A.4.2 预检测设备设置

按生产商的说明设置设备。实施检测前,验证 CPC 的流量和零计数符合表 A.1 的技术条件。

A.5 采样

A.5.1 设定采样位置

采样点位置要由供、需双方商定。

A.5.2 CPC 采样步骤

A.5.2.1 按生产商的说明设置粒子计数器(A.2),其工作条件与生产商的要求相符。实施这一步骤的人员宜经过仪器使用培训。

A.5.2.2 采样管的位置要朝向气流。若被采样的气流方向不受控或无法预知(如非单向流),采样管的入风口应呈垂直向上状态。

A.5.2.3 如必要的话,在环境条件稳定后再进行采样,按 A.4.2 所述方法确定每个采样点的最小空气采样量。

选择确能有效输送带电粒子的采样管,且采样管的长度尽可能短。

A.5.2.4 如三种占用状态之一时,在多个采样点实施采样,某特定采样位置的单个采样结果异常的高,可在该位置进行更多采样以检查问题,并确定该位置是否符合用户要求。在需要纳米尺度粒子浓度稳定性的信息时,按供方和需方商定的时间间隔在所选择的位置进行 3 次或更多的测量。

A.6 每个采样点粒子平均浓度的记录

A.6.1 按对应于用户技术要求的每个关注粒径,记录下每个单次采样量的采样结果,即粒子数量。

A.6.2 当在一个采样位置上的采样次数不止 1 次,从每次采得样本的粒子浓度(A.6.1),按公式(A.1)计算出每个位置上每个关注粒径粒子的平均数量,并记录下来。

$$x_i = [x_{i,1} + x_{i,2} + \cdots + x_{i,n}] / n \quad \cdots \cdots \cdots (A.1)$$

式中:

- x_i ——位置 i 上的平均粒子数量,可代表任何位置;
- $x_{i,1} + \cdots + x_{i,n}$ ——每个样本的粒子数量;
- n ——位置 i 上的总样本数量。

A.6.3 按公式(A.2)计算每立方米的浓度值 C_i 。

$$C_i = x_i \times 1\,000 / V_i \quad \cdots \cdots \cdots (A.2)$$

式中：

x_i ——位置 i 上的平均粒子数量，可代表任何位置；

V_t ——单个样本采样量，单位为升(L)。

A.7 结果说明

若每个采样位置上测得的、以每立方米粒子数量表示的平均粒子浓度，未超过需方设定的或供方需方商定的浓度限值，则认为洁净区符合规定的监测要求。

附录 B

(资料性)

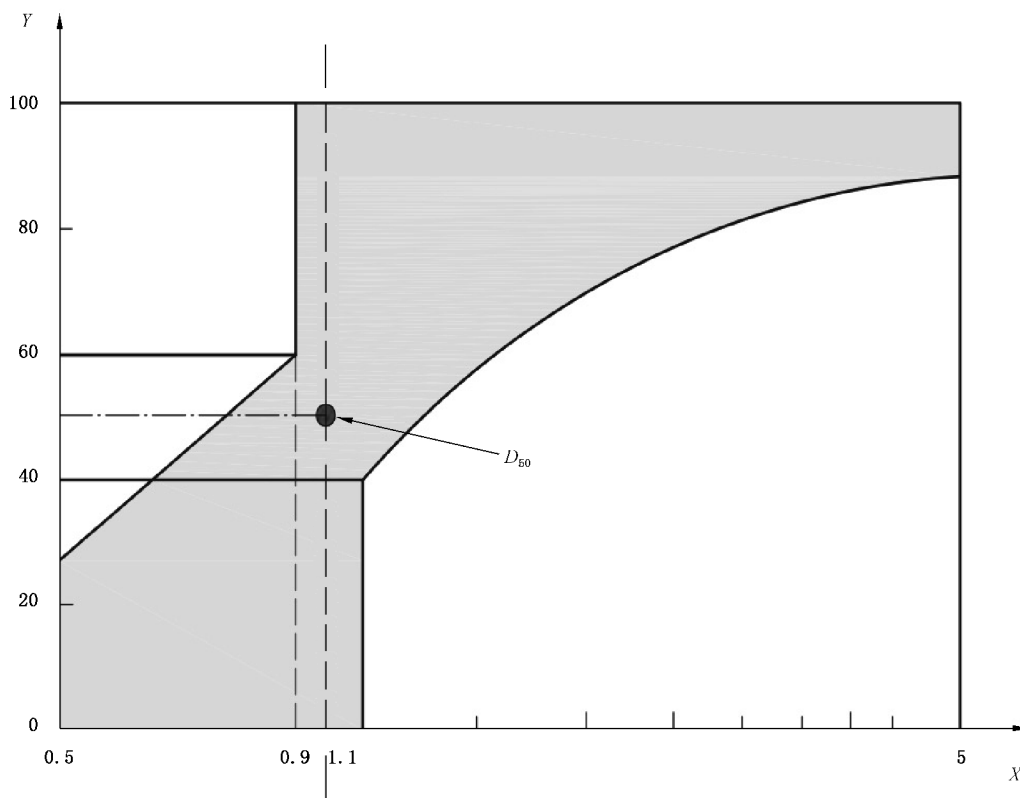
粒子计数效率和分割粒径

B.1 计数效率

凝结粒子计数器的计数效率主要受粒径的影响,在一定程度上也受粒子成分的影响。凝结液体为水时,粒子成分为非常疏水物质的偶然情况下,计数效率会下降。

系统测量纳米尺度粒子浓度的计数效率,宜落在图 B.1 中的阴影区内。规定的纳米尺度粒径的计数效率为 50% (D_{50}) 的虚线,就是这个性能合格区的中心。 X 是 D 除以 D_{50} (D/D_{50}) 的比值,其区域包括了标准化后纳米尺度粒径比值为 $X \pm 10\%$ 的无差带,就是图 B.1 所示的 $X = 1.1$ 和 $X = 0.9$ 的范围。该图标出了标准化粒径 $\pm 10\%$ 无差带内粒子最低和最高合格计数效率。还标出了 $X = 5$ 时,计数效率至少宜为 85%, $X = 0.5$ 时,计数效率宜小于 25%。计数效率测量宜以蔗糖粒子或银粒子作为标准粒子。

若凝结粒子计数器的计数效率曲线落在图 B.1 阴影部分的右侧,则不宜用于纳米尺度粒子浓度的测量或验证。若曲线落于阴影部分的左侧,能用 B.2 所述的分割粒径器使计数效率降低。这样,调整后的凝结粒子计数器计数效率是未调整前的计数效率与分割粒径器效率的乘积。



标引序号说明:

X —— 标准化后的粒径, D/D_{50} ;

Y ——计数效率,%。

图 B.1 所选仪器计数效率的合格范围

示例 1: $D_{50}=5\text{ nm}$

X	0,5	0,9	1	1,1	5
D/nm	2,5	4,5	5	5,5	25

示例 2: $D_{50}=10\text{ nm}$

X	0,5	0,9	1	1,1	5
D/nm	5	9	10	11	50

示例 3: $D_{50}=50\text{ nm}$

X	0,5	0,9	1	1,1	5
D/nm	25	45	50	55	250

图 B.1 所选仪器计数效率的合格范围 (续)

分割粒径(D_{50})视仪器而异。

B.2 分割粒径器

分割粒径器以准确定义且可再现的方式降低穿透率,将小于规定的粒径去除。只要分割粒径器的穿透特性达到要求,市场上各种尺寸、不同配置的分割粒径器都可使用。扩散元件和虚拟冲撞器都能作为合适的分割粒径器使用。

穿透率随粒子物理特性、仪器配置、气流量而变化。对所有的分割粒径器都要注意的是,仅按设计气流量使用,且安装后没有静电荷积累。确保分割粒径器做到了正确接地,就能使电荷积累降至最低。分割粒径器一般设在纳米尺度粒子计数仪器的采样口处。

分割粒径器的示例包括扩散单元和虚拟冲撞器。

分割粒径器的技术要求见表 B.1。

表 B.1 分割粒径器技术要求

项目	技术要求
测量不确定度	规定粒径粒子的去除率为 $50\% \pm 10\%$
校准周期	因设备类型而异,一般为 12 个月
采样空气流量	流经粒径分割器的流量恒定(波动范围 $\pm 10\%$),且大于或等于计数器所要求的流量

B.3 纳米尺度粒径的分布

差分电迁移率分析仪(DEMC)能与凝结粒子计数器(CPC)一起组合成差分电迁移分级系统(DMAS),用于测量纳米尺度粒子的粒径的分布。DEMC 将带电的气溶胶粒子分级至不同的粒径舱,一次只允许一狭窄范围的粒径通过。随后,CPC 将 DEMC 测径的粒子计数。在洁净室的应用中,因为 DMAS 的扫描特性以及将电荷传给粒子的效率有限,为获取有效、有意义的纳米尺度粒径分布测量结果,使用 DMAS 需要有恒定的粒子源和充裕的采样时间。DMAS 不是为了用于洁净室洁净度的分级或监测。但是,如果粒子浓度足够高且恒定,采样时间足够长,它提供的纳米尺度粒径分布能作为判断的依据。

参 考 文 献

- [1] 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等级(ISO 14644-1:2015,MOD)
- [2] GB/T 25915.2—2021 洁净室及相关受控环境 第2部分:洁净室空气粒子浓度的监测(ISO 14644-2:2015,IDT)
- [3] GB/T 25915.3—2010 洁净室及相关受控环境 第3部分:检测方法(ISO 14644-3:2005,IDT)
- [4] ISO 15900:2009 Determination of particle size distribution—Differential electrical mobility analysis for aerosol particles
- [5] ISO 21501-4 Determination of particle size distribution—Single particle light interaction methods—Part 4: Light scattering airborne particle counter for clean spaces
- [6] ISO/TS 80004-2:2015 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 2: Nano-objects
- [7] ISO 27891 Aerosol particle number concentration—Calibration of condensation particle counters
- [8] ISO/TS 80004-1 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 1: Core terms
- [9] Ensor, D.S., Dixon A.M. Aerosol Measurements in Cleanrooms. In: *Aerosol Measurements*, (Kulkarni P., ed.). Van Nostrand Reinhold, New York, 2011.
- [10] IEST-G-CC1002. *Determination of the Concentration of Airborne Ultrafine Particles*. IEST, Schaumburg, IL, 1996.
- [11] Ensor, D.S., Foarde K.K.. The Behavior of Particles in Cleanrooms. In: *Environmental Monitoring*, (Dixon A.M., Informa Healthcare U.S.A., eds.). New York, 2006, pp. 1-22.
- [12] Hinds, W.C., Aerosol Technology. John Wiley and Sons, New York, 1982.
- [13] Sem, G. J., Ultrafine ($<0.1\ \mu\text{m}$ Diameter) Particles. In: *Particle control for Semiconductor Manufacturing*, (Donovan R.P., ed.). Marcel Dekker, Inc, New York, 1990, pp. 79-103.
- [14] Wen, H. Y. Kasper G. On the Kinetics of Particle Reentrainment for Surfaces. *J. Aerosol Sci.* 1989, 20 pp. 483-498.
- [15] Ensor, D.S., Donovan R.P., Locke B.R. Particle Size Distributions in Clean Rooms. *J. IEST*. 1987, 30 (6) pp. 44-49.
- [16] Ensor, D.S., Viner A.S., Johnson E.W., Donovan R.P., Keady P.B., Weyrauch K.J.. Measurement of Ultrafine Aerosol Particle Size Distributions at Low Concentrations by Parallel Arrays of a Diffusion Battery and a Condensation Nucleus Counter in Series. *J. Aerosol Sci.* 1989, 20 pp. 471-475.
- [17] Ahonen L. R. Kangasluoma, J. Lammi, J. Lehtipalo, K. Hämeri, K. Petäjä, T. & Kulmala M. First measurements of the number size distribution of 1-2 nm aerosol particles released from manufacturing processes in a cleanroom environment. *Aerosol Sci. & Tech.* 2017, 51 pp. 685-693 | DOI: 10.1080/02786826.2017.1292347
- [18] ISO/TR 18401 Nanotechnologies—Plain language explanation of selected terms from the ISO/IEC 80004 series