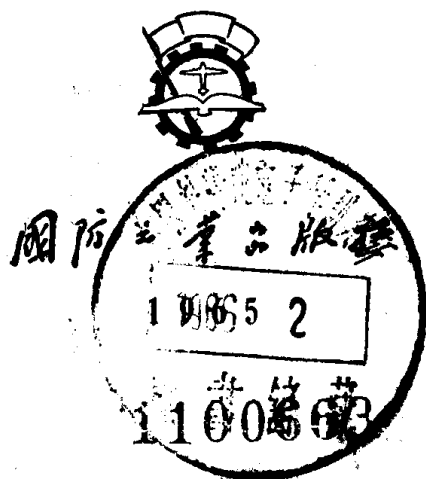


电子器件零件和材料清洁处理论文集

美国材料試驗学会編

罗继起等譯



內 容 簡 介

本书所搜集的論文均是1958年10月13~14日在弗兰克林学院举行的电子器件和材料净化討論上发表的。包括四个部分，即物理和有机沾污体，气体沾污体，化合沾污体和溶剂可溶性沾污体的净化問題。

0520/00

SYMPOSIUM ON CLEANING OF ELECTRONIC DEVICE COMPONENTS AND MATERIALS AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS

1959

*

电子器件零件和材料清洁处理論文集

罗继起等譯

*

国防工业出版社 出版

北京市书刊出版业营业许可出字第074号

新华书店北京发行所发行 各地新华书店經售

国防工业出版社印刷厂印装

*

850×1168 $1/32$ 印張 $7\frac{15}{16}$ 202千字

1965年12月第一版 1965年12月第一次印刷 印数：0,001—1,900册

統一书号：15034·1031 定价：(科六) 1.20元

目 录

前言.....	5
尘埃的测量和控制.....	7
清洁车间的设计和管理.....	20
清除电子器件中物理沾污体用的超声波清洗装置.....	31
“雪白方案”——收讯管达到更高可靠性的一条途径.....	43
在电子器件生产中有机沾污体的检验、清除和控制.....	52
半导体机械加工和腐蚀的清洁度因素.....	83
电子器件研制中研究气体问题用的质谱仪的设计和 应用.....	92
质谱仪对鉴定电子管材料处理效果的应用.....	102
电子管金属零件含气量的指示剂——碳.....	114
电子器件及零件处理用气体的分析及控制方法.....	123
导电石墨涂层的吸附和解吸特性.....	137
电子管零件用不同方法处理时的吸氢.....	146
钨丝镀金前的阴极电清洗.....	156
用化学浸蚀进行电子管零件的高度净化处理.....	164
放射性示踪剂在鉴定零件清洁度中的应用.....	175
零件清洁处理对电子管性能的影响.....	189
氧化物阴极热电子发射与玻璃成分的关系.....	199
用超清洁二极管作为微波应用方面的放射检验器.....	211
电子器件制造过程中高纯水征水的制备和应用.....	219
供半导体器件用的高纯度甲醇的配制.....	232
纯水在电子器件制造工业中的应用.....	243

1100662

电子器件零件和材料清洁处理论文集

美国材料試驗学会編

罗继起等譯



国防工业出版社

內 容 簡 介

本书所搜集的論文均是 1958 年 10 月 13~14 日在弗兰克林学院举行的电子器件和材料净化討論上发表的。包括四个部分，即物理和有机沾污体，气体沾污体，化合沾污体和溶剂可溶性沾污体的净化問題。

SYMPOSIUM ON CLEANING OF ELECTRONIC
DEVICE COMPONENTS AND MATERIALS
AMERICAN SOCIETY FOR
TESTING MATERIALS
1959

*

电子器件零件和材料清洁处理論文集

罗继起等譯

*

国防工业出版社 出版

北京市书刊出版业营业许可出字第 074 号

新华书店北京发行所发行 各地新华书店經售

国防工业出版社印刷厂印装

*

850×1168 $\frac{1}{32}$ 印張 7 $\frac{15}{16}$ 202 千字

1965 年 12 月第一版 1965 年 12 月第一次印刷 印数：0,001—1,900 册

統一书号：15034·1031 定价：(科六) 1.20 元

目 录

前言	5
尘埃的测量和控制	7
清洁车间的设计和管埋	20
清除电子器件中物理沾污体用的超声波清洗装置	31
“雪白方案”——收訊管达到更高可靠性的一条途径	43
在电子器件生产中有机沾污体的檢驗、清除和控制	52
半导体机械加工和腐蝕的清洁度因素	83
电子器件研制中研究气体問題用的质谱仪的设计和 应用	92
质谱仪对鉴定电子管材料处理效果的应用	102
电子管金属零件含气量的指示剂——碳	114
电子器件及零件处理用气体的分析及控制方法	123
导电石墨塗层的吸附和解吸特性	137
电子管零件用不同方法处理时的吸氢	146
鉬絲鍍金前的阴极电清洗	156
用化学浸蝕进行电子管零件的高度净化处理	164
放射性示踪剂在鉴定零件清洁度中的应用	175
零件清洁处理对电子管性能的影响	189
氧化物阴极热电子发射与壳层分离的关系	199
用超清洁二极管作为微波应用方面的放射檢驗器	211
电子器件制造过程中高純本征水的制备和应用	219
供半导体器件用的高純度甲酫的配制	232
純水在电子器件制造工业中的应用	243

前 言

电子器件主要由导电固体所組成；它通过連接綫将电压加在适当位置上来調制电流，例如輸入信号和輸出調制电流。电子器件的心臟是利用极微量杂质的半导体，因此希望具有危害性的杂质也必須很少。但是，沾染有害杂质却比掺入和适当分布有利杂质容易得多。

早期电子器件——大家熟知的真空管——的体积較大，内部零件間隔远，而且設計者設計了坚固的阴极，能够經受現在知道确实存在的种种沾污影响。比較新型的电子管，为了处理現代通訊系統的高頻訊号，体积要小得多，内部零件間隔也較近。而且新型电子管的阴极比原来的小得多，因而不如原来的坚固。这种設計趋势已經把内部零件面积对阴极面积的比值从大約50比1改变到 6×10^6 比1。显然，每单位阴极面积現在所受到的沾污影响要大得多，因为这些影响正比于器件内部的零件面积。新型的电子管趋向于比原来电子管耗散更多的功率，它們的零件在較高的溫度下工作，而这是有助于沾污体的轉移的。

大約在五年前，技术已經发展到这样的地步，即电子管的寿命和性能是由管內存在的鈍化沾污体来控制，而不是由材料本身固有的特性来控制。显然，这就必須重新考虑通常的淨化和装配方法，并且需要有效得多的技术和試驗方法。工业性實驗室和学术性實驗室已經根据它們的具体需要从多方面开展了这一項工作。已經发展了許多种杂质控制技术，这些技术不仅解决了存在着的問題，而且确实也为器件的可靠性和性能的改进 提供了可能性。

此外，那时电子工业已开始認識到半导体器件中沾污体的影

响，可以说是一个比在电子管中甚至更为严重的问题。从事新技术的人必须从新学习从电子管领域中所取得的许多教训，因为他们之中有许多人对于电子管缺少或没有经验。

1958年10月13~14日，在弗兰克林学院举行了一次电子器件零件和材料净化讨论会。整个讨论会分为四次：第一次讨论物理和有机沾污体（包括大家熟知的尘埃和棉绒问题）；第二次讨论气体沾污体问题；第三次讨论化合沾污体；第四次讨论溶剂可溶沾污体。在这次讨论会上所提出的论文连同每篇论文宣读后的讨论一起转载于本文集，以供参考。

F. J. Biondi

尘埃的测量和控制

P. R. Pondy, G. E. Helmke

罗 继 起 译

尘埃控制不是一个新问题。贝尔电话实验室研究这个问题，已经有几十年了。自从初次意识到尘埃沾污对电子器件的性能与寿命产生有害的影响以来，一直都在采取措施来控制它。多年来，已经研究出减少电子器件制造车间和无盖器件（如接触继电器）工作车间尘埃的技术。但是，由于近十年的器件比二、三十年前制造的器件对这种沾污的灵敏度要高得多，所以这些技术就必须加以改进了。这不仅是由于零件的尺寸小、间隙小而使得新型器件对沾污更加灵敏，而且也由于对它们的性能要求更为苛刻所致。这是先进技术对可靠性要求越来越高的结果。因此，凡是制造供可靠性要求最高的系统用的灵敏器件的工厂，在制造这些器件的车间中都必须严格控制尘埃。因此，在本实验室中遇到的和研究的一些尘埃问题，也许是一般精密制造工业都感兴趣的。

本文用“尘埃”一词表示空气中存在的一切微粒物质，包括棉绒和纤维。简言之，尘埃控制问题包括：（1）确定器件制造所要求的清洁标准；（2）这些标准的获得；（3）保持。

对解决这些问题已经做了哪些工作呢？诚如上面所说，对这些问题早在几十年前就开始研究了，之后，对原来的解决办法作了改进，以适应先进技术更为严格的控制要求。

几年以前，对尘埃控制进行了完全重新的考虑，目的是要进一步改进现有的控制技术和了解更多的尘埃测量方法。有系统的研究指出了一些新的和重要的改进途径。这一篇文章主要讨论这

表 1 测量尘

	(一) 空气过滤法(称量法)	(二) 空气过滤法 (光密度或反射法)	(三) 光散射法
仪器	1. 实验室或工业用取样器。 2. 天平。 3. 显微镜。 4. 适当的化学分析仪。	1. 实验室或工业用取样器。 2. 显微镜。 3. 适当的化学分析仪。	1. 工业用烟光度计。 2. 适当的过滤器。 3. 显微镜。 4. 适当的化学分析仪。
取样法	从室内抽取空气。尘埃捕集在过滤介质上。	从室内抽取空气。尘埃捕集在过滤纸上。	1. 将室内空气抽取至光室，在光室中尘埃粒子使光线向前散射。 2. 也可以在过滤介质上垂直收集尘埃。
检测方法	1. 在收集尘埃前后，称过滤介质的重量。 2. 用显微镜检查过滤介质上的残存物。 3. 用化学方法分析尘埃。	1. 光反射。比较白色过滤纸在暴露前后的反射。从反射指数推算出尘埃密度。还有一种方法是测量光密度的变化。 2. 用显微镜检查过滤纸上的残存物。 3. 用化学方法分析尘埃。	1. 用电子方法放大向前散射的光并加以记录。 2. 可以用显微镜检查过滤介质上的尘埃。 3. 可以用化学方法分析过滤介质上的尘埃。
可能获得的资料	1. 尘埃密度(微克/空气单位体积)。 2. 粒子数和大小分布。 3. 尘埃的化学分析。	1. 尘埃密度(质量/空气单位体积)。 2. 粒子数和大小分布。 3. 尘埃的化学分析。	1. 可以立即知道尘埃的相对浓度(多于或少于)。可用气溶胶标准变换为尘埃密度。 2. 可以对尘埃连续监视。 3. 对过滤介质进行显微镜分析可以提供粒子数和大小分布。

埃的方法

(四) 静电沉积法	(五) 培养皿法	(六) 冲击器法
1. 静电沉积器 (工业用型, 加以改装, 收集管的重量从58克减至8克)。 2. 微量天平或半微量天平。 3. 显微镜。 4. 适当的化学分析仪。	1. 培养皿, 玻璃或塑料取样滑板。 2. 显微镜。 3. 适当的化学分析仪。	1. 适当的尘埃冲击器设备。 2. 计数池。 3. 显微镜。 4. 适当的化学分析仪。
1. 从室内抽取空气。尘埃捕集在圆柱形收集极上。 2. 在圆柱形电极上收集正常落下的尘埃。	在清洁的培养皿上收集正常落下的尘埃。也可采用其他器皿或滑板。表面可以是干的或胶粘的。	从室内抽取空气。尘埃收集在空气中、水中或直接收集在计数池内。
1. 在取样前后, 称收集电极的重量。 2. 可以从收集电极取出所收集的尘埃并用显微镜检查。	1. 用显微镜检查尘埃。 2. 可以用化学方法分析尘埃。	1. 用显微镜检查所收集的尘埃。 2. 可以用化学方法分析尘埃。
1. 尘埃密度 (质量/空气单位体积, 或质量/单位时间)。 2. 粒子数和大小分布。 3. 尘埃的化学分析。	1. 粒子数和大小分布。 2. 尘埃的化学分析。	1. 尘埃浓度 (粒子数和大/空气单位体积)。 2. 尘埃的化学分析。

	(一) 空气过滤法(称量法)	(二) 空气过滤法 (光密度或反射法)	(三) 光散射法
用途	1. 最适用于不是超清洁的車間。 2. 最适用于测量 5 微米和小于 5 微米的尘埃。	1. 最适用于不是超清洁的車間。 2. 最适用于测量約 5 微米和小于 5 微米的尘埃。	1. 适用于任何清洁度的車間。 2. 适用于测量約 5 微米和小于 5 微米的尘埃。不适用于测量棉絨和纖維。
評語	1. 取样法是有選擇性的。小粒子較大粒子容易抽取。 2. 在超清洁房間內抽取的尘埃不足以作精确的尘埃测量。 3. 过滤器的捕尘能力在每次試驗中可能有所变化。 4. 假如过滤器是吸水性的(大多数紙过滤器如此), 精确地称量过滤器的重量将变得困难, 特别是当重量增加微小时。 5. 显微镜檢查令人厌烦, 且耗費時間。	1. 取样法是有選擇性的。小粒子較大粒子容易抽取。 2. 在超清洁房間內檢取的尘埃不足以作精确的尘埃测量。即使是在清洁度稍低的房間內, 灵敏度也差。 3. 尘埃的颜色会影响結果。 4. 显微镜檢查令人厌烦, 且耗費時間。将尘埃从紙上轉移到透明介质上作显微镜檢查时, 粒子可能聚集。这会使粒子的計算与大小的測定不正确。可改用粒子大小記錄照象机(这种照像机拍摄由粒子向前散射的光), 从而也无需轉移尘埃。	1. 取样法是有選擇性的。小粒子較大粒子容易抽取。 2. 仪器对小粒子(5 微米或小于 5 微米)比大粒子要灵敏得多。对大于 50 微米的粒子, 特别是棉絨和纖維, 灵敏度較低。 3. 仪器对中等清洁到超清洁的車間具有良好的灵敏度。 4. 仪器的使用是复杂的(有光学的、电子的和机械的组件), 因此可能存在維護問題。 5. 显微镜檢查令人厌烦, 且耗費時間。

(續)

(四) 靜電沉積法	(五) 培養皿法	(六) 沖擊器法
1. 适用于各种清洁程度的車間 2. 第一种取样法, 最适用于测量 5 微米和小于 5 微米的尘埃粒子。 3. 第二种取样法, 适用于测量約 0.2 微米和大于 0.2 微米的尘埃粒子。	1. 适用于各种清洁程度的車間 2. 可以用来测量約 1 微米和大于 1 微米的粒子。通常用于测量 5 微米和大于 5 微米的尘埃粒子。	1. 适用于尘埃濃度高的車間; 在超清洁的車間不可靠。 2. 适用于测量約 5 微米和小于 5 微米的尘埃粒子。
1. 第一种取样法是有選擇性的。小粒子較大粒子容易抽取。 2. 第二种取样法可以給出表明正常落尘量的有用資料。对大粒子和小粒子的選擇几乎沒有差別。 3. 仪器简单, 不需要什么維護。 4. 显微镜檢查令人厌烦, 且耗費時間。将尘埃从圓柱体轉移到透明介质上作显微镜檢查时, 粒子可能聚集。这会使粒子的計算和大小的測定不正确。	1. 是测量正常落尘量的可靠方法。 2. 可靠的測量需要大量的样品。 3. 在显微镜下計数令人厌烦, 且耗費時間。 4. 計数要受到主观因素(如操作者計算时的細心程度以及測定粒子大小的能力)的影响。	1. 取样法是有選擇性的。小粒子較大粒子容易抽取。 2. 当尘埃收集在液体介质中时, 可能聚集在一起, 从而使結果不正确。 3. 显微镜檢查令人厌烦且耗費時間。 4. 新近宣布的“示尘器”^[3]使空气以超声速冲击在一片活动的醋酸盐薄膜上。痕迹的光密度作为尘埃濃度的量度。

些新近的研究并报导本实验室测量和控制尘埃用的最新方法。下面首先考虑测量尘埃的方法，然后再谈控制尘埃的方法。

尘埃的测量

测量一个车间的落尘量可以有效地表明这个车间的清洁度是否允许制造一定的器件。当然，首先必须测量在这个车间制造出合格器件所需时间内的落尘量，才能决定它所要求的清洁程度。

在实验室研究过程中，曾试验过许多测量尘埃的方法。其中六种我们认为重要的，值得详细叙述（见表1）所需的仪器、取样法、检测法、每种方法所能获得的资料以及每种方法的用途（即每种方法最适用的粒子大小范围和浓度）。表中也包括了对这些方法的一些评语。

正如表中所表明的那样，有些方法比其它方法较有用。一种方法的用途通常决定于被测车间的清洁程度、待测尘埃粒子的大小以及所需资料的性质。

取样技术

通常采用的方法有两种：（1）正常的尘埃降落〔表1，（四）2.和（五）〕和（2）将空气抽取至测量装置中，以集中尘埃〔表1，（一）（二）（三）（四）和（六）〕。第一种方法是在正常的尘埃沉积状态下选取尘埃样品（0.1微米和大于0.1微米的）。第二种方法扰乱了这种状态，因为较小的粒子（包括那些小于0.1微米、不能正常降落的粒子）比大粒子更容易抽至取样器。由于零件暴露时被空气中降落的尘埃所沾污，因而直接测量正常落尘量的方法将更为可靠。然而新近的研究表明，用这两种取样技术测量尘埃的结果相当一致。例如，在三种不同的环境中用三种方法进行测量，得出了相同的相对清洁度，如表2所示。

根据这些结果，可以明显看出，这些方法的任何一种都可以用来求出不同车间内尘埃的相对浓度和测量某一车间内可能发生

表 2 用不同方法測得的尘埃

方 法	車間內的尘埃 ^①		
	1	2	3
培养皿，正常降落，粒子/平方厘米	560	224	56
光散射，抽入空气，刻度偏轉，毫伏	55	30	15
靜电沉积，微克/小时， 抽入空气	700	300	—
正常降落	300	100	50

① 每一种测量方法的单位不同。

的尘埃濃度的变化。

以前，本實驗室的大部分尘埃量测量都是用培养皿法来进行的。目前是同时用培养皿法和靜电沉积法进行测量。

靜电沉积是吸引人的，这是因为它采用的仪器简单，容易維護和移动，而且测量方便和迅速，在几小时之内就可以得到結果。

培养皿法既令人厌烦又耗費時間，但得到的数据可能較有价值，因为用这个方法可以求出粒子的数目和它們的大小分布。然而，用显微鏡檢查用靜电沉积法所收集的尘埃，也可以获得相同的資料。而正是这一部分测量既令人厌烦又耗費時間。由于它只不过是补充迅速获得的資料，即落尘的微克数，所以只有当需要补充了解粒子数目和大小时才进行显微鏡檢查。

光散射法之所以吸引人，主要是由于可以連續不断地監視尘埃。对这种方法的一种反对意見是設備太复杂，維護可能成問題。至于其他方法，我們认为它們的灵敏度都不足以精确地測量本實驗室內較清潔車間的低尘埃濃度。

为了鉴定控制方法而进行的尘埃测量大多数采用培养皿法⁽¹⁾。表 3 是获得的許多資料的摘要。虽然得到的数据是指 9 小时內每平方厘米的粒子降落数，但是，是以相对指数来表示的。本文仅考虑 5 微米和大于 5 微米的粒子。一个指数相当于 9 小时內每平方厘米降落 8 个粒子（大于 5 微米），这是輸送至环境受控

表 3 不同場所的灰塵指數

車 間 的 狀 況	相對指數	塵埃的可能來源
優質空氣	1	空氣管道和室內的剩餘空氣。
3 號車間內加壓的防塵罩。操作者在罩下工作，穿特制外衣，並戴特制手套。	3	3 號車間內部產生的塵埃： (1) 由於過濾器效力不高而漏入防塵罩的。 (2) 由於工作人員引起的空氣扰动，從防塵罩前面的開口進入罩內的。
2 號車間內加壓的防塵罩。操作者穿特制外衣在車間內工作。	7	同上。但防塵罩從 2 號車間得到的空氣不如 3 號車間的清潔。
1 號車間內加壓的防塵罩。	22	同上。但 1 號車間的空氣比 2 號車間的更不清潔。
3 號車間——送入優質空氣。操作者在防塵罩下工作，穿特制外衣並戴特制手套。短暫的來往是控制的。設備、材料及處理過程也是控制的。	9	操作者、處理過程、工作材料及設備內部產生的塵埃。
2 號車間——送入優質空氣。操作者穿特制外衣工作。	28	內部產生(較 3 號車間更甚)。
1 號車間——送入既未經過濾也未經調節的室外空氣。操作者正在操作，並且不穿特制外衣。	70	室外空氣及內部產生(同上，但比 2 號車間更嚴重)。

的車間的優質（超清潔）空氣的塵埃濃度。最高指數是70。這是沒有採取特別措施來控制環境的車間的塵埃濃度。其他指數在1到70之間變化。表3中列出了車間的狀況、它們的指數和在這些車間內發現的塵埃的可能來源。

我們利用類似表3中的資料確定採用什麼樣的措施才能最好地控制塵埃。在採取措施的前後測量塵埃濃度，便可鑑定該措施的用途及重要性。下面我們將討論一些被認為重要的塵埃控制措施。