



ISO 14644 - PARTIE 13 (Nettoyage des surfaces)

Evolutions et exemple d'applications

David CHEUNG

SOMMAIRE

1. Introduction : présentation de la norme ISO 14644 (partie 13)
2. Méthodes de nettoyage - Exemples
3. Méthodes de mesure – Contaminations particulaire et chimique
4. Validation du nettoyage – Exemple de méthodologie
5. Conclusions



Aspec
ÉVÈNEMENT
COLLOQUE - EXPO
09.11.2017
ESPACE VAN GOGH
62 QUAI DE LA RÂPÉE - 75012 PARIS

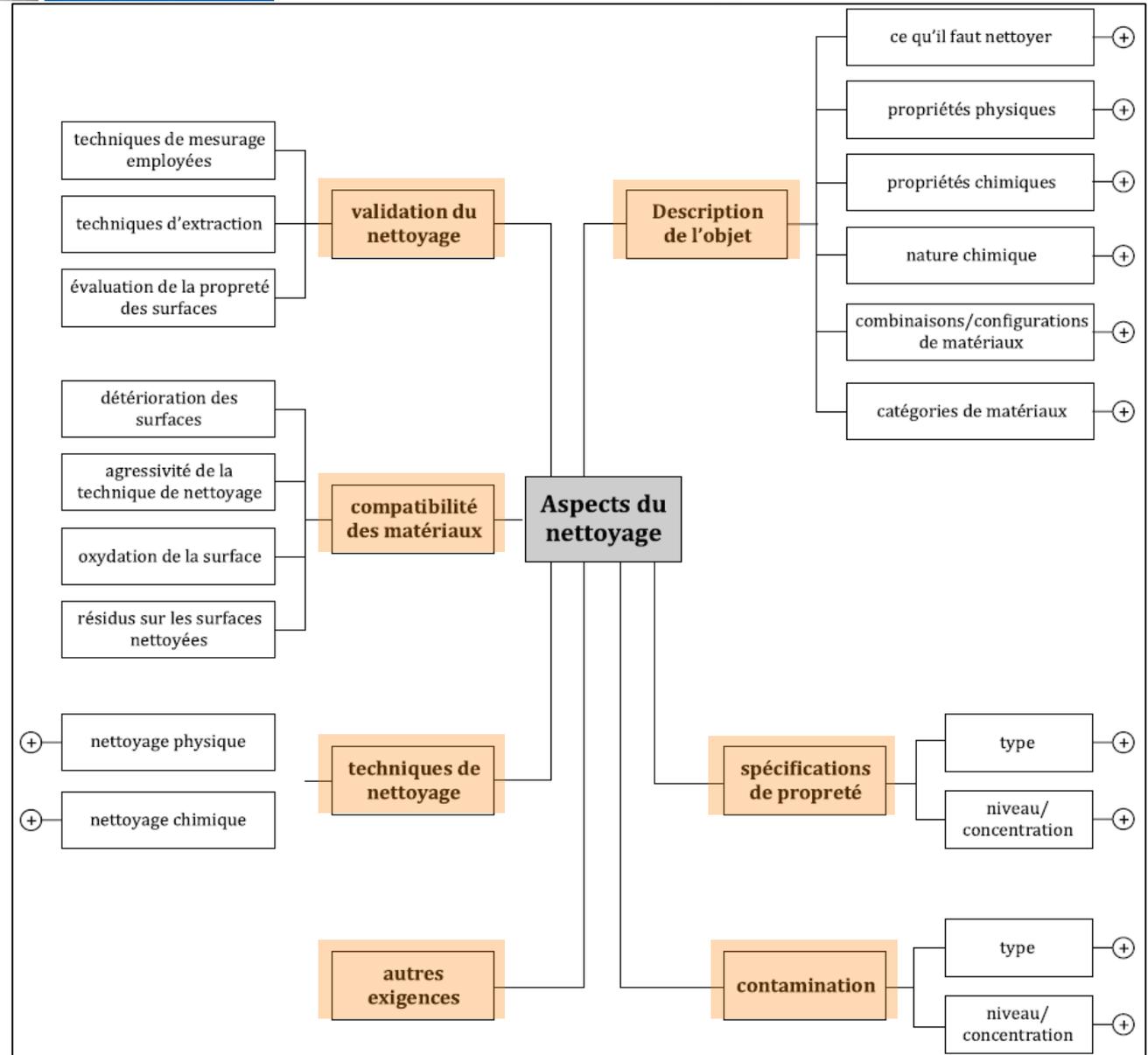
ENTEGRIS CLEANING PROCESS
E C P
An Entegris Company

1. Introduction : présentation de la norme ISO 14644 (partie 13)

Source : ISO 14644-13:2017(F)

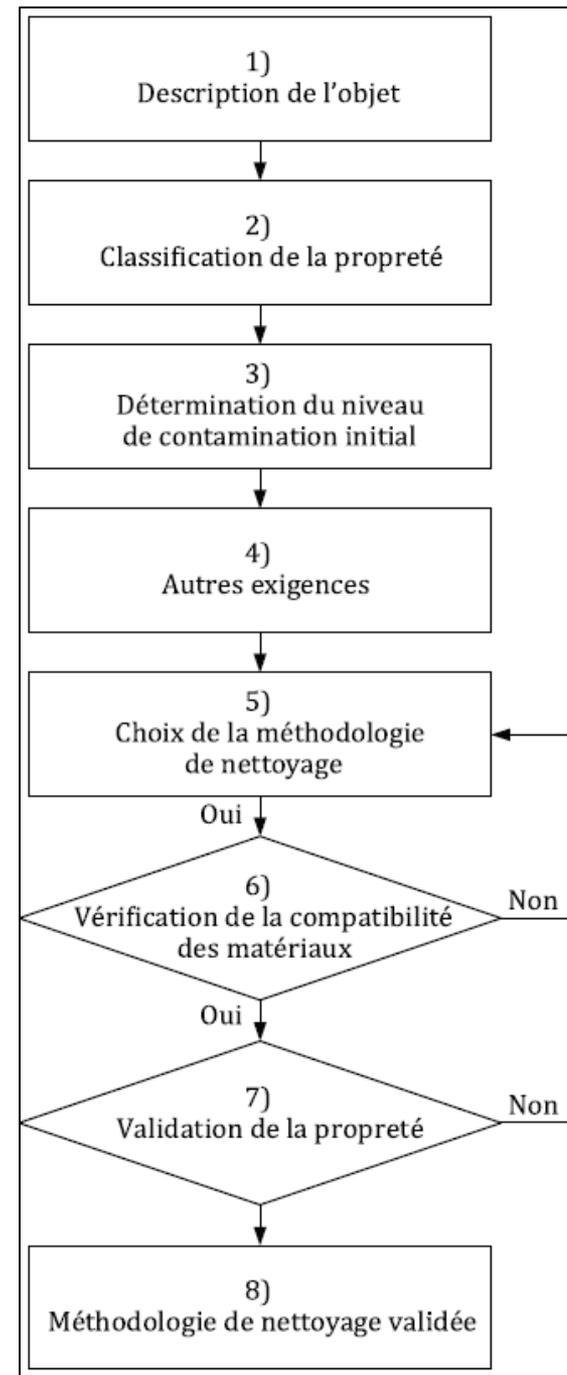
**Figure 1-
Aperçu (non
exhaustif) des
aspects relatifs
au nettoyage :**

*facteurs contribuant à la
pertinence des
méthodes de nettoyage*



● Figure 2 – Arbre de décision :

*méthodologie type décrivant
 la marche à suivre pour la
 validation du nettoyage*





Aspec
ÉVÈNEMENT

COLLOQUE - EXPO
09.11.2017
ESPACE VAN GOGH
62 QUAI DE LA RÂPÉE - 75012 PARIS

ENTEGRIS CLEANING PROCESS

E C P

An Entegris Company

2. Méthodes de nettoyage

Méthodes de nettoyage (Annexe B) -> 4 catégories :

1/ Nettoyages mécanique

exs: essuyage, brossage, abrasion, ponçage...

2/ Nettoyages par fluide

exs: lavage, gaz comprimé, aspiration, sonique (US, mégasons)...

3/ Nettoyages par sablage

exs: gaz (air, CO₂) , voie liquide (haute ou basse pression, vapeur)...

4/Nettoyages chimiques

exs: décapage, chimique, vapeur, plasma, ozone...

Nettoyage par essuyage (chiffons, cotons-tiges)

Principe : application directe du chiffon ou coton-tige sur la surface à nettoyer, imbibé de solvant, par frottement



Contamination cible : particulaire

Avantages :

- facilité de mise en œuvre
- applicable à tout type de pièce



Inconvénients :

- opération manuelle
- procédé long et fastidieux
- utilisation de solvants => émanation vapeurs
- consommables : chiffons, coton-tiges, solvants



Procédés de nettoyage aqueux

Principe : nettoyage par aspersion ou immersion aqueuse à base d'agents lessiviels (tensioactifs), assistée éventuellement aux ultrasons

Contaminations cibles : particulaire et moléculaire

Avantages :

- applicable à la plupart des matériaux
- efficacité du procédé

Inconvénients :

- consommation importante en eau ultra-propre
- génération d'effluents
- séchage nécessaire
- limité par taille des pièces
- limité sur matériaux ou revêtements spécifiques



Nettoyage aux ultrasons atmosphériques

Principe : nettoyage par génération d'ultrasons combiné avec un système d'aspiration

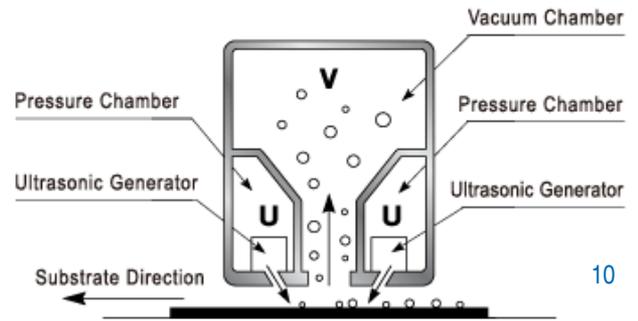
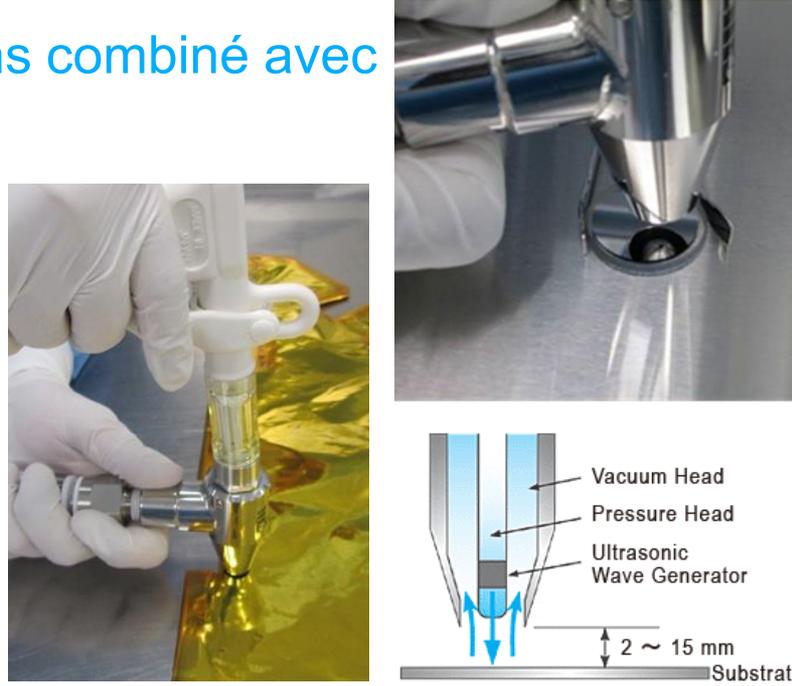
Contamination cible : particulaire

Avantages :

- procédé sec
- applicable à la plupart des matériaux
- équipement mobile
- automatisation possible (robot, table xyz)

Inconvénients :

- adapté principalement aux surfaces planes
- distance d'application à respecter



Nettoyage par spray CO₂

Principe : nettoyage par projection de pastilles de CO₂ sous forte pression

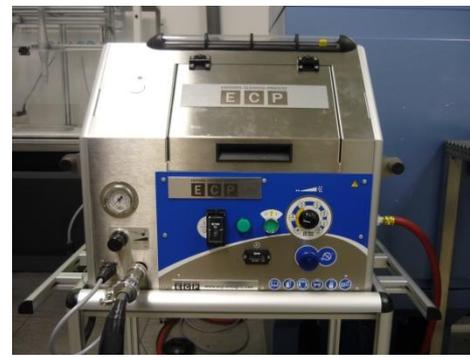
Contaminations cibles : particulaire et moléculaire

Avantages :

- procédé sec
- équipement mobile
- automatisation possible (table xyz, robot)

Inconvénients :

- peu compatible aux matériaux souples
- consommable pastilles de CO₂
- dégagement de CO₂ gazeux



Traitement par plasma atmosphérique

Principe : nettoyage avec une torche plasma, à pression atmosphérique

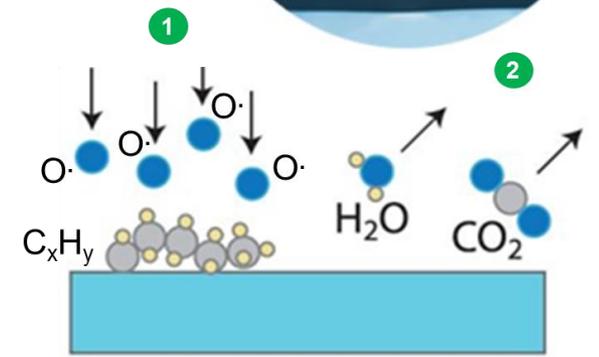
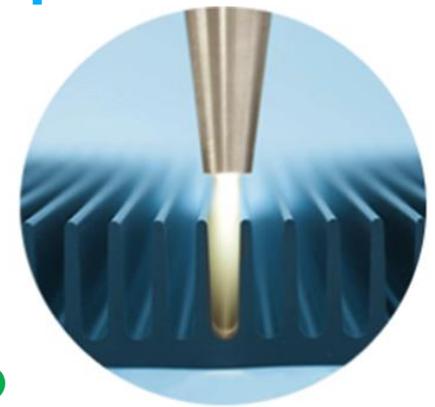
Contamination cible : moléculaire

Avantages :

- procédé sec
- équipement mobile
- automatisation possible (table xyz, robot)

Inconvénients :

- peu compatible aux matériaux polymères
- génération de résidus gazeux





Aspec
ÉVÈNEMENT

COLLOQUE - EXPO
09.11.2017
ESPACE VAN GOGH
62 QUAI DE LA RÂPÉE - 75012 PARIS

ENTEGRIS CLEANING PROCESS

E C P

An Entegris Company

3. Méthodes de mesures

Mesurage de la propreté (Annexe D) :

1/ Inspection visuelle

méthode plutôt qualitative ; seuil de détection ~ 20-50 μm ; limites de la méthode (essais inter-opérateurs, pas d'enregistrement...)

2/ Contrôle direct (exs: lumière rasante, SPC, MEB, FTIR...)

*cas idéal, mais problème d'utilisation de l'instrument de mesure
-> pas ou peu adapté à la surface à analyser*

3/ Contrôle indirect (exs: gravimétrie, LPC, CI, ICPMS, GCMS...)

cas le plus fréquent -> extraction de la contamination de surface, puis détection avec le moyen approprié

Comptage des particules en milieu liquide (LPC)

Mesure de la contamination particulaire de surface (tailles > 0.1 µm) :

- Extraction par trempage des pièces ou mouillage des parois internes de la boîte (protocole spécifique)
- Comptage des particules par échantillonnage, grâce à un détecteur optique
- Résultats généralement exprimés en nombre de particules/mL

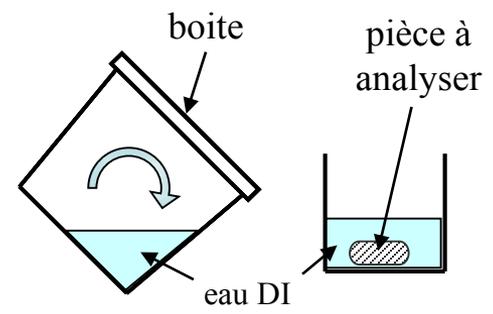
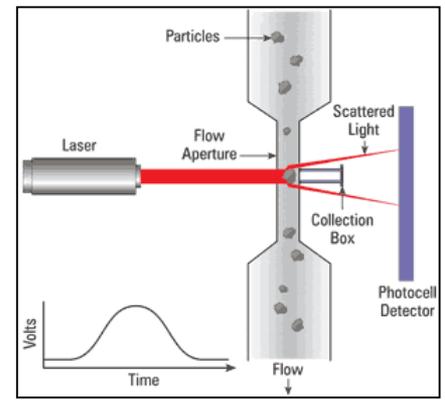


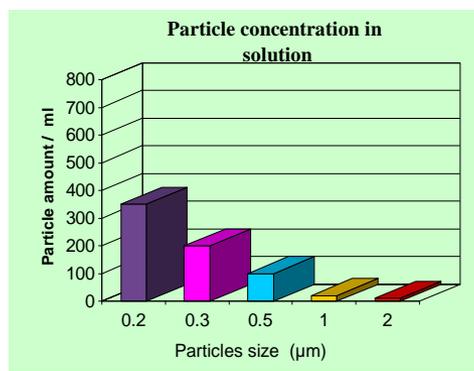
Schéma du protocole d'extraction



Analyse par LPC



Principe de fonctionnement

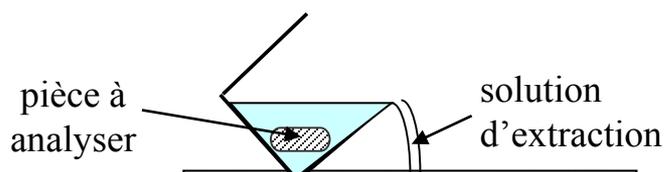


Exemple de contamination particulaire dans une boîte

Analyse particulaire par gravimétrie & granulométrie

Mesure de la contamination particulaire de surface (tailles > 10 µm) :

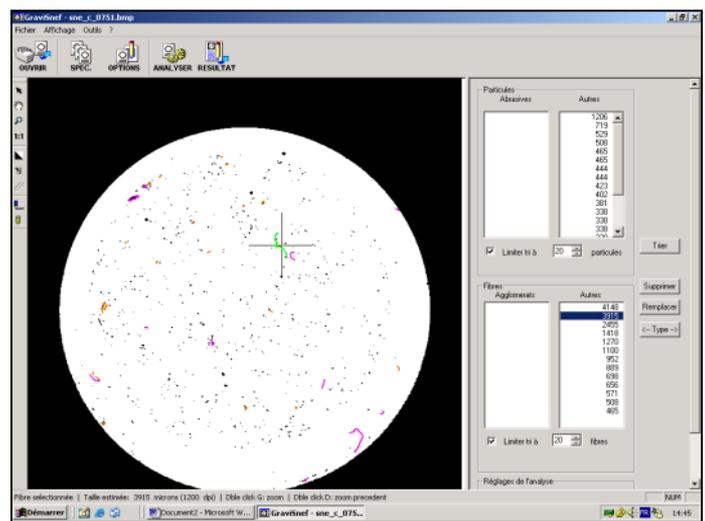
- Extraction de la pollution particulaire par immersion ou aspersion des pièces à l'aide d'une solution aqueuse & filtration sur membrane
- Numérisation de la membrane & analyse par logiciel de **Granulométrie**



Rampe de filtration

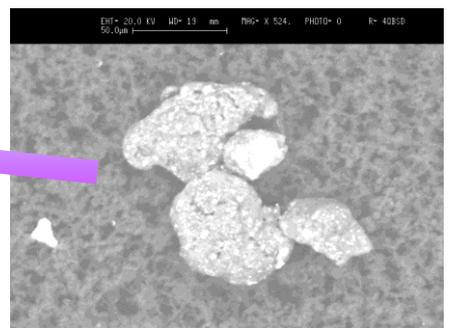
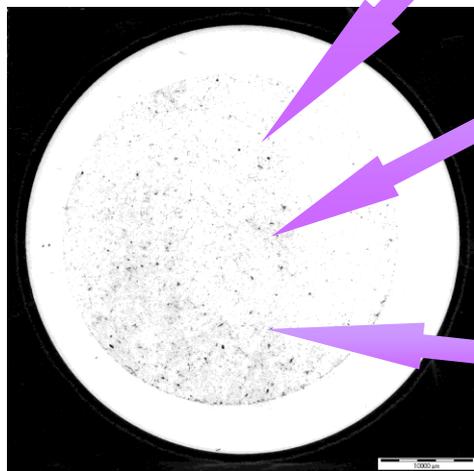
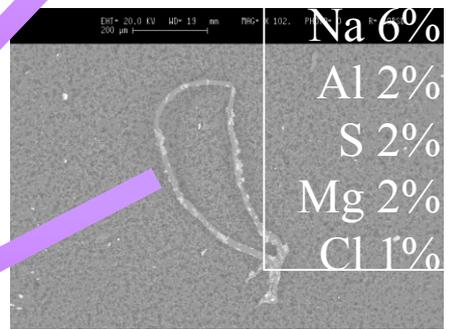
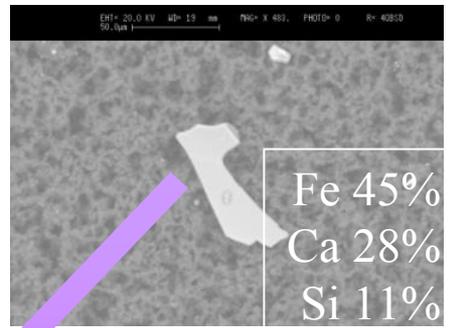
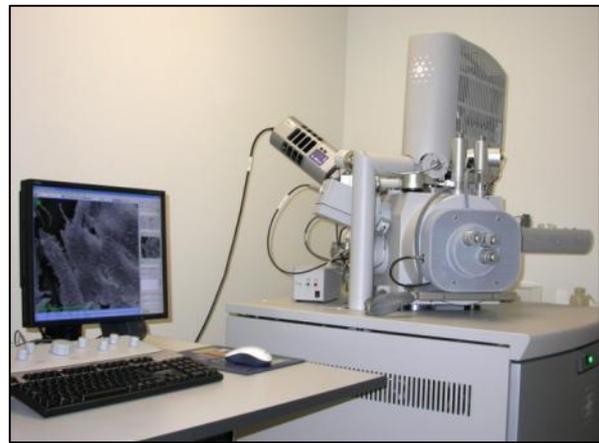
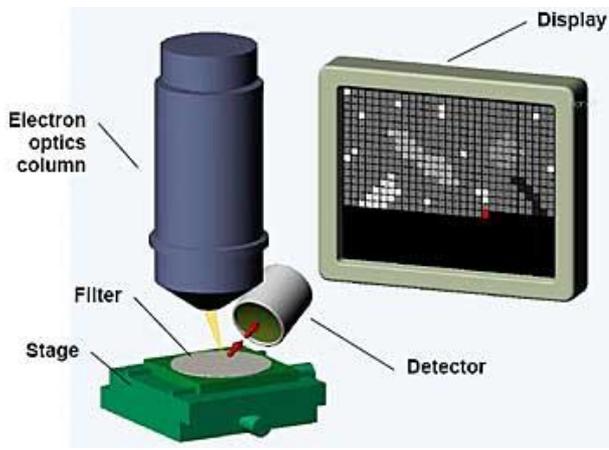


Membrane sous boîtier



Exemple de détection des particules sur membrane numérisée

Analyse élémentaire par MEB-EDX



Détermination de la nature des particules résiduelles sur membrane par :

- observation en Microscopie Electronique à Balayage (**MEB**)
- analyse de la composition matière par Energie Dispersive aux rayons X (**EDX**)

Analyse de la contamination métallique

Extraction de la contamination métallique avec une solution acidifiée pour analyse par Spectrométrie de Masse par Plasma à Couplage Inductif (ICPMS)

Exemples d'éléments détectés :

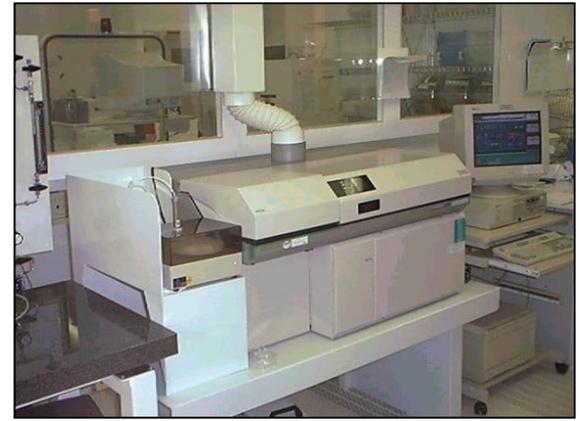
Type métaux

Lourds	Ag	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	Sn	Zn	Hg
Cations			K	Mg								
issus composition verre	Ca	Na	B	Al	Ba	Si						

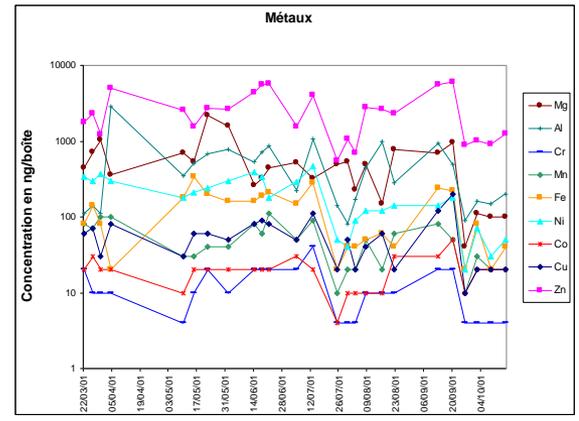
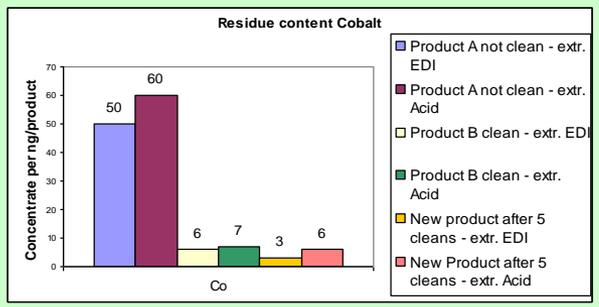
Niveaux de détection ≈ 0,01 ppb



Exemples d'équipements ICPMS



Etude spécifique sur un élément



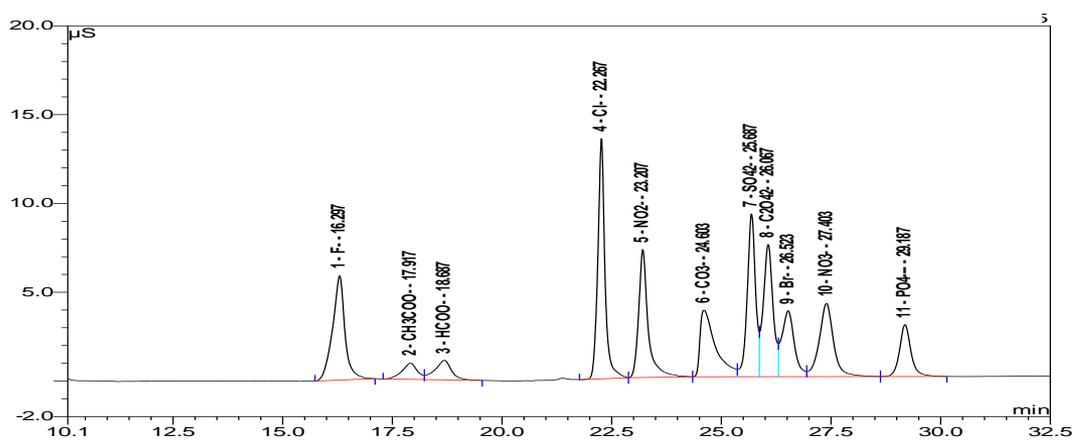
Analyse de la contamination ionique

Extraction de la contamination ionique avec une solution d'eau dé-ionisée (EDI) pour analyse par Chromatographie Ionique (CI)

Exemples d'ions détectés (espèces dissociées d'acides et de bases) :

Anions	F ⁻	Cl ⁻	Br ⁻	NO3 ⁻	SO4 ²⁻	PO4 ³⁻
Cations	NH4 ⁺					

Niveaux de détection ≈ 0,1 ppb



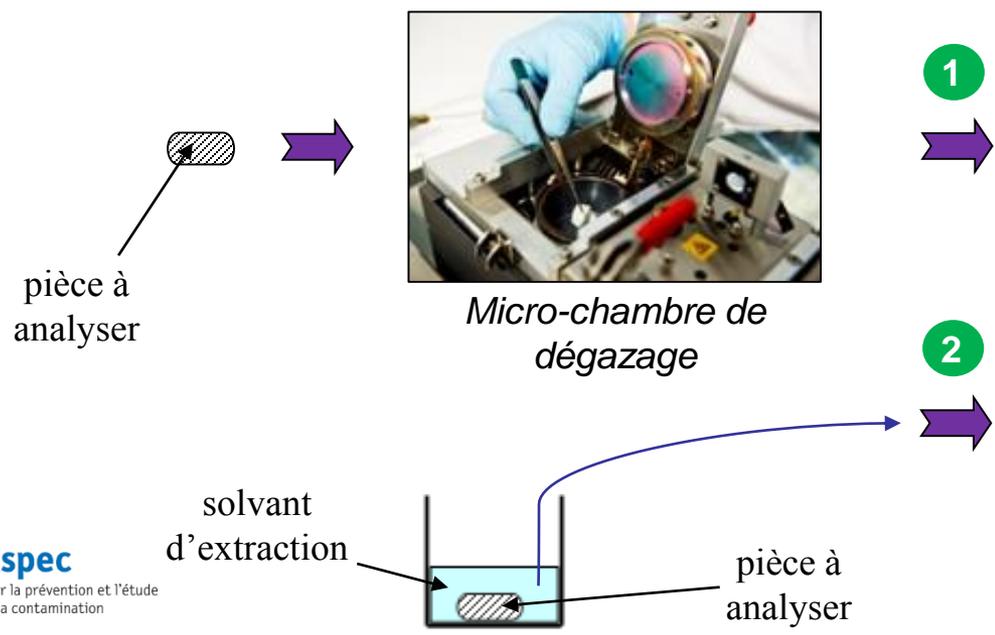
Exemples d'équipements de CI



Analyse de la contamination moléculaire

Mesure des **contaminations moléculaires volatile & de surface** (détection ≈ 1 ppb) :

- 1/ Thermodésorption des COV en micro-chambre de dégazage
- 2/ Extraction de la pollution moléculaire par immersion ou écouvillonnage des pièces, à l'aide du solvant approprié
- Analyse par **GCMS** (Chromatographie Gazeuse - Spectrométrie de Masse)



Équipement de GCMS



Aspec
ÉVÈNEMENT

COLLOQUE - EXPO
09.11.2017
ESPACE VAN GOGH
62 QUAI DE LA RÂPÉE - 75012 PARIS

ENTEGRIS CLEANING PROCESS

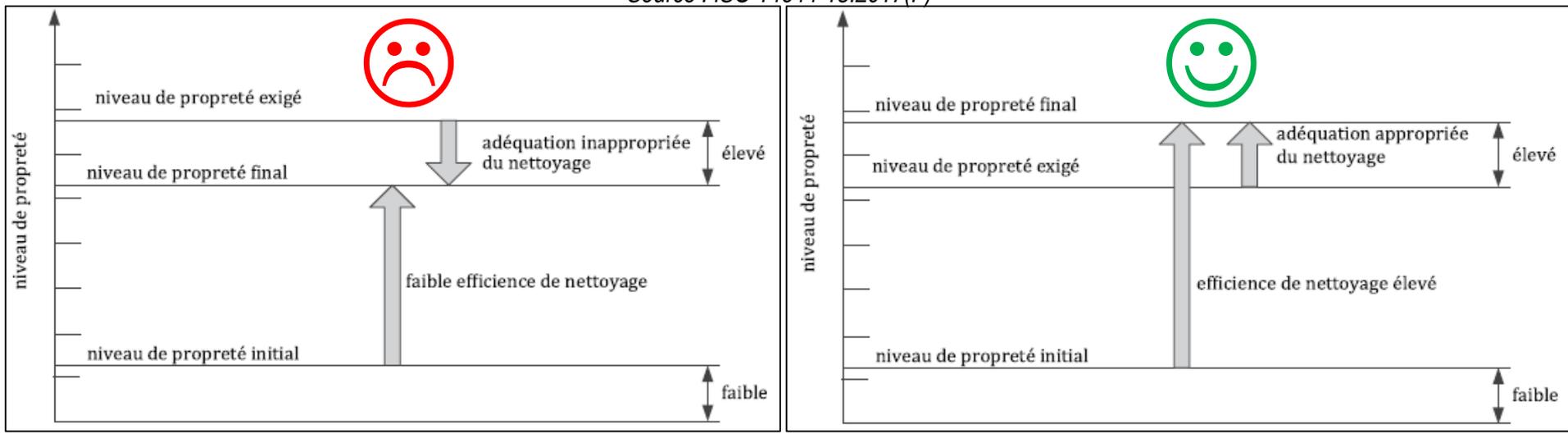
E C P

An Entegris Company

3. Validation du nettoyage

Efficiency and adequacy of cleaning :

Source : ISO 14644-13:2017(F)



Représentations schématiques de méthodes d'évaluation du nettoyage

- **Efficiency** de nettoyage = $1 - \frac{\text{niveau de propreté final}}{\text{niveau de propreté initial}}$ (exprimée en pourcentage)
- **Adéquation** de nettoyage = $\frac{\text{niveau de propreté exigé}}{\text{niveau de propreté final}}$

Exemple de méthodologie pour l'évaluation du nettoyage

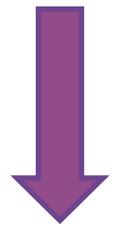
Contamination particulaire

Contamination moléculaire

Pollution volontaire des échantillons

Exposition des pièces dans une zone "sale", pendant une durée donnée

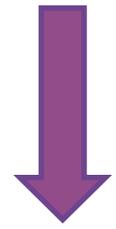
Contamination des pièces avec une solution multi-espèces (composition et concentrations connues)



Nettoyage selon le procédé choisi

- Essuyage
- Procédés aqueux
- US atmosphériques
- Spray CO₂

- Procédés aqueux
- Spray CO₂
- Plasma atmosphérique



Vérification de l'efficacité de nettoyage

- LPC, Granulométrie

- CI, ICPMS, GCMS

5. Conclusions

- Document très pratique -> recommandations en termes de méthodologie à adopter pour le nettoyage des surfaces : salles propres mais également composants
- De même pour les techniques de mesurage, qui peuvent être appliquées aux surfaces des salles propres, mais également aux composants
- Validation du nettoyage : évaluation efficacité et adéquation du nettoyage, en termes de concentration particulaire et contamination chimique des surfaces (complémentaire parties 9 et 10 de la norme)

Merci de votre attention ! Questions ?



ENTEGRIS CLEANING PROCESS

395, rue Louis Lépine

34000 Montpellier (FRANCE)

Tel: +33(0)4 67 22 40 95

Fax: +33(0)4 67 22 49 90

E-mail: david.cheung@entegris.com

www.ecp-entegris.com

