

SEMI C6.7-93(Reapproved 1102)

高圧ガスシリンダ中のグレード 10/0.2 窒素に対するパーティクル仕様

本仕様は、Global Gases Committee で技術的に承認されたもので、North American Gases Committee が直接責任を負うものである。現版は、2002 年 7 月 21 日に North American Regional Standards Committee に承認されている。2002 年 10 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2002 年 11 月発行に至る。初版は 1993 年発行。

1 目的

この文書の目的は、(1)10/0.2 グレード、シリンダ充填窒素に対する最大許容パーティクル濃度の設定、および(2)その確認のための基準方法の記述である。

2 範囲

2.1 この仕様は、高圧ガスシリンダに充填された窒素に適用される。パイプライン・ガスには適用されない。

2.2 窒素シリンダは、3 つの部品から構成される：(1)シリンダ・ボトル、(2)充填された圧縮窒素、および(3)シリンダ・バルブ。それぞれの部品がパーティクルのソースとなり得る。この仕様は、規定条件下でシリンダから得られるガス中に検出されるパーティクルの総数に適用される。パーティクル源は考慮されない。

2.3 減圧器は、制御されない場合、多数の人工的パーティクルを凝集、凝縮を通して生じ得ることが知られている。この生成を防ぐために、この仕様は 200 bar (3000 psi) までの圧力において稼働するパーティクルカウンターを採用し、圧力減減とそれに関連する問題に対する必要を無くしている。

2.4 シリンダ・ガス中のパーティクル含有量は、時間と共に変化することが知られている。なぜなら、パーティクルは拡散または沈降によりシリンダ壁面に失われ、またフロー・パルスまたは機械的衝撃によりシリンダ壁面から分離するからである。典型的なガス・シリンダの取り扱いを表わす最悪の条件下で、パーティクル濃度を測定することが重要である。この仕様は、上述の要求条件を満たす標準衝撃を記述し、また衝撃直後にパーティクルをカウントする手順を提供する。

2.5 このテスト方法を複数のシリンダに対して使用する場合は、各シリンダをテストしなければならない。シリンダ・ガス中のパーティクル汚染は個別のシリンダの取り扱い履歴と強い関係があることが知られている。同時に充填した複数のシリンダは、それぞれ異なるユーザから異なる期間の使用の後に返却されるのが通常である。同時に充填したシリンダに対する品質の統一には、各シリンダについて充填以前の履歴の跡を消し去る専用の処理が必要である。従って、10%また

は 20%のバッチ・サンプリングでは、シリンダごとの重大な差異があるため受け入れられない。

2.6 100%サンプリングの要求条件は、サンプリング目的で使用する各シリンダ中のガスの総量を制限する。この制限は、低濃度レベルにおけるパーティクルサンプリングに対する統計的要求を緩和する。

2.7 本スタンダードはその使用に関連した全ての安全問題を取り扱うことを意図していない。このスタンダードの使用者は、その責任において、適切な安全及び健康上の作業方法を確立し、また使用前に規制上の制限への適用性を判断するものである。

3 用語

3.1 変数

X_{Bi} = バックグラウンドの i 番目のサンプル区間において観測されたパーティクル濃度
 X_{Mi} = i 番目のサンプル区間において衝撃前に観測されたパーティクル濃度
 X_{Ni} = i 番目のサンプル区間において衝撃後に観測されたパーティクル濃度
 N_B = バックグラウンドのサンプル区間の数
 N_M = 衝撃前のサンプル区間の数
 N_N = 衝撃後のサンプル区間の数
 $\bar{X}_B$ = バックグラウンド・カウントの平均観測濃度
 $\bar{X}_M$ = 衝撃前の観測パーティクル濃度の平均
 $\bar{X}_N$ = 衝撃後の観測パーティクル濃度の平均
 X_P = 衝撃前のパーティクルの計算濃度
 X_Q = 衝撃後のパーティクルの計算濃度
 S_B = $\bar{X}_B$ の標準偏差
 S_M = $\bar{X}_M$ の標準偏差
 S_N = $\bar{X}_N$ の標準偏差
 SE_P = X_P の標準誤差
 SE_Q = X_Q の標準偏差

3.2 平均観測濃度 (Average Observed Concentration) ($\bar{X}_B$, $\bar{X}_M$, $\bar{X}_N$)

$\bar{X}_B = \text{SUM}(X_{Bi})/N_B$
 $\bar{X}_M = \text{SUM}(X_{Mi})/N_M$
 $\bar{X}_N = \text{SUM}(X_{Ni})/N_N$

3.3 計算濃度 (Calculated Concentration) (X_p , X_Q)

$$X_p = \bar{X}_M - \bar{X}_B$$

$$X_Q = \bar{X}_N - \bar{X}_B$$

3.4 標準偏差 (Standard Deviation) (S_B , S_M , S_N)

$$S_B = \left[\text{SUM}(X_{Bi} - \bar{X}_B)^2 / (N_B - 1) \right]^{1/2}$$

$$S_M = \left[\text{SUM}(X_{Mi} - \bar{X}_M)^2 / (N_M - 1) \right]^{1/2}$$

$$S_N = \left[\text{SUM}(X_{Ni} - \bar{X}_N)^2 / (N_N - 1) \right]^{1/2}$$

3.5 標準誤差 (Standard Error) (SE_p , SE_Q)

$$SE_p = [(S_M^2/N_M) + (S_B^2/N_B)]^{1/2}$$

$$SE_Q = [(S_N^2/N_N) + (S_B^2/N_B)]^{1/2}$$

4 装置

4.1 高圧パーティクルカウンター (High-pressure Particle Counter) (HPC) — 200 bar (300 psi) までの圧搾気体窒素中のパーティクルのカウントに適合した器具。その最低カウント効率は $0.02 \mu\text{m}$ において 50% で、 $0.25 \mu\text{m}$ で 100% にいたる。この値は器具サプライヤにより大気圧において、 $0.2 \mu\text{m}$ の単分散のパーティクルおよび $0.2 \mu\text{m}$ において 100% のカウント効率が実証されている参照カウンターを使用して測定された。HPC の公称流量率はいかなる圧力においても固定できるが、サンプル流量率は圧力および報告されたその同等標準の大気圧 (1 bar) における流量率に対し、サプライヤの指定する流量率の 5% の範囲内に調整しなければならないことに注意すること。

4.2 衝撃装置 (Impact Shock Device) — ガス・シリンダに対し 10^4 m/sec^2 の衝撃を 10% の公差で再生して与えることのできる装置。図 1 に示されるような便利なセットアップが使用できる。鎖の一端に金属のボールがつけられ、もう一方の端がテスト・シリンダに固定されている。シリンダとの角度が 90 度になるまで持ち上げられたボールを離して 90 度の弧を自由落下させ、テスト・シリンダにぶつける。ボールの質量と鎖の長さは、対応する衝撃強度を振動加速度計によりモニターして決定する。典型的な 44 リットルのシリンダに対しては、ボール質量 160 gm および鎖の長さ 60 cm が要求される衝撃を生成する。

5 テスト方法

5.1 パーティクルを含まない圧縮窒素を HPC に通して、バックグラウンドの平均パーティクル濃度 ($\bar{X}_B$) を測定する。少なくとも 6 標準リットル (0.2 SCF) または

6 分の期間のどちらか大きい方のサンプル区間を最低 5 つカウントする。 $0.2 \mu\text{m}$ より大きいパーティクルを取り除くために高純度ガス・フィルターを使用できる。 $\bar{X}_B$ を 3 項に定義されたように計算する。 $\bar{X}_B$ は 30 標準リットルにつき 1 パーティクルを越えてはならない。

5.2 実験装置を図 2 に示されるようにセットアップする。テスト・シリンダを直接に高圧パーティクルカウンター (HPC)、圧力ゲージおよびフロー制御装置 (FCD) に接続する。HPC の前でレギュレータは使用しないことに注意のこと。サンプリング・ラインはクリーンかつできるだけ短くしなければならない。フロー制御装置は計量バルブおよびフローメーターまたは臨界オリフィスがあり得る。

5.3 シリンダ・バルブを解放し、少なくとも 6 標準リットル (0.2 SCF) または 6 分の期間のどちらか大きい方のサンプル区間を最低 5 つカウントして、 $\bar{X}_M$ を測定する。 X_p と SE_p を 3 項に定義されたように計算する。

5.4 約 10^4 m/sec^2 の衝撃を、10 秒間隔で 4 回、テスト・シリンダの露出した表面に与える。各衝撃はシリンダの垂直方向のほぼ中心点に与える。各衝撃は、円周方向に 90 度づつ間隔を空けなければならない。

5.5 衝撃後に少なくとも 6 標準リットル (0.2 SCF) または 6 分の期間のどちらか大きい方のサンプル区間を最低 5 つカウントして $\bar{X}_N$ を測定する。サンプリングは、衝撃後 2 時間以内に完了しなければならない。 X_Q と SE_Q を 3 項に定義されたように計算する。

6 仕様

6.1 最大許容パーティクル濃度 — 30 標準リットルにつき 10 パーティクル。

6.2 パーティクルの計算濃度に 2 つの標準誤差を加えた値が、衝撃の前後双方について 30 標準リットルにつき 10 パーティクルを越えない場合、仕様に適合すると考えられる、つまり:

$$X_p + 2SE_p \leq 10 \text{ particle/30 standard liters}$$

および

$$X_Q + 2SE_Q \leq 10 \text{ particles/30 standard liters}$$

7 報告

報告には、計測したサンプルの量、3 項に定義された全ての変数の値、金属ボールの質量、鎖の長さを含まなければならない。