

SEMI C69-0611

TEST METHOD FOR THE DETERMINATION OF SURFACE AREAS OF POLYMER PELLETS

ポリマーペレットの表面積を測定するための試験方法

免責事項:この SEMI スタンダードは、投票により作成された英語版が正式なものであり、日本語版は日本の利用者各位の便宜のために作成したものです。万が一英語と日本語とに差異がある場合には英語版記載内容が優先されます。

SEMI スタンダード日本語翻訳版をご利用にあたっての注釈を本文の末尾に記載しております(「すべきである」「しなければならない」について等)。

本スタンダードは、global Liquid Chemicals Committee で技術的に承認されている。現版は 2011 年 5 月 13 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2011 年 6 月に www.semiviews.org および www.semi.org で入手可能となる。

1 目的

1.1 本書は、ポリマーペレットの表面積を測定するための試験方法を規定する。

注 1: 本書の関連情報 1 には、妥当性が確認されていない別の試験方法が記載されている。

1.2 様々なマイクロエレクトロニクス産業に使用されるポリマー製品において、原材料のポリマーペレットの表面積を比較的正確日本語版把握することは重要である。例えば、ポリマーペレットは、ブロー成形、回転成形、射出成形、押し出し成形によって製造される高純度成分の薬液配管部品やライニングシートに使用される。ポリマーペレットと完成ポリマー製品の汚染レベルを関連付ける際、ポリマーペレットの汚染レベルを算出するにあたって、表面積を把握することは重要である。

2 範囲

2.1 本書は、拡張ユークリッド法を使用し、ポリマーペレットを幾何学的形状として考え、その外形寸法を確定するために測定する試験方法を概説する。

2.2 表 A1-2 には、測定された寸法を使用して、ペレットの表面積を算出するための計算式が示されている。

2.3 この方法を使用して求められた値(質量 1 キログラム当たりの表面積 m^2)を、SEMI F57 等の文書とともに使用して、単位表面積当たりの汚染を判定することができる。

注 2: 本書の関連情報 1 には、参照のみを目的とした Laser Outlining Test Method が記載されている。この試験方法では、被覆ペレットを支持具に取り付けてスキャンすることが求められている。

注意: このスタンダードおよび安全ガイドライン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。この文書の使用者は、その責任において、適切な安全および健康上実施すべき事柄を確立し、また使用前に法規制やその他の制限への適用性を判断するものである。

3 制限

3.1 ペレットの材料が柔らかい場合は、測定中に変形する可能性があるため、注意が必要である。

3.2 この方法は、ペレットの端に発生する「ヒゲ」や「バリ」、あるいはその両方が、ペレットの総面積に対して占める割合がそれほどでもない場合、「ヒゲ」や「バリ」の面積を含めるべきではない。

3.3 複雑な形状を扱う際に、場合によっては、概算を行う必要があることもある。

3.4 この試験方法は、形状および大きさにおける固有のばらつきが母集団内で実現できるよう、統計的に有意なサンプルの大きさを想定している。

3.5 この試験方法では、外表面積のみを確定する。SEMI F40 および SEMI F57 を使用する際に、測定されたペレットの表面積当たりで得られた溶出量の結果から、最終製品の汚染レベルを評価するために外挿すべきではない。最終製品ができるまでの製造工程では、ペレットを熔融するのに必要な熱や混合等が行われ、溶出量の結果に大きな影響を及ぼす可能性がある。

3.6 内部の微量金属汚染を判定する場合は、SEMI F48 または他の適切なバルク測定手法を用いるべきである。

3.7 同じ銘柄のペレットでも、若干異なる操作条件により製造された材料では、ペレットの表面の状態が異なることがあり、これらの測定方法を使用した場合に結果が大きく異なってくる可能性が考えられる。

4 参照スタンダードおよび文書

4.1 SEMI スタンダードおよび安全ガイドライン

SEMI F40 — Practice for Preparing Liquid Chemical Distribution Components for Chemical Testing

SEMI F48 — Test Method for Determining Trace Metals in Polymer Materials

SEMI F57 — Provisional Specification for Polymer Components Used in Ultrapure Water and Liquid Chemical Distribution Systems

4.2 その他の文書

4.2.1 Technical Formulas, Kurt Gieck, ISBN-10: 3-920379-27-6, ISBN-13: 9783920379272, 9th Edition, Enlarged and Revised, English.

4.2.2 Suggested drying times for pellets (Table A1-1)¹.

5 用語

5.1 定義

5.1.1 拡張ユークリッド法 (*enhanced euclidean*) — 自然界に見られる不規則性を網羅するように修正されたユークリッド幾何の計算式。

注 3: 例えば、ほぼ円筒形のペレットも、詳しく調べてみると実際には砂時計形をしていることがある。そのような場合は、それを考慮に入れて、円筒の表面積を測定するための計算式を修正しなければならない。

5.1.2 レーザー外形測定 (*laser outlining*) — レーザーを使用して、対象物の外面形状および面積を測定する手法。

6 ペレットの前処理

6.1 高分子材料には吸湿性があるため、計量の前に、ペレットをオープンに入れて乾燥させる。

6.2 被験材料の種類に基づく乾燥条件については、表 A1-1 を参照すること。

6.3 ペレットが手で触れる程冷却されたら、直ちにサンプリング工程に進む。

7 サンプリング

7.1 提出されたサンプルのペレットの質量の均一性を測定。

7.1.1 提出されたサンプルから、代表的なペレットを 200 個抽出し、それを 20 ペレットずつ 10 セットに分割する。

7.1.2 10 セットのそれぞれを 0.001 グラムの位まで計量し記録する。

7.1.2.1 ¶ 7.1.2 で得られた値から、平均値と標準偏差値を算出する。

7.1.3 次に、相対標準偏差 (RSD) を算出し記録する。ここで、 $RSD = \text{標準偏差値} \times 100 / \text{平均値}$ である。

¹ Table A1-1 excerpt courtesy of RTP Company, 580 East Front Street, Winona, MN, 55987, USA.

注 4: RSD は、母集団内のペレットの均一性を示す指標である。つまり、RSD が 5%を超える場合は、複数の幾何形状が存在することを示している。

8 拡張ユークリッド法

8.1 選択したペレットのセットの形状特性特定

8.1.1 それぞれ 20 ペレットから成る 10 セットから無作為に 1 セットを選択する。

8.1.2 2 倍 ~ 10 倍の倍率でペレットを観察し、形状を判定する。顕微鏡検査を行い適切な計算式を選択することが、表面積の測定には不可欠である。

8.1.3 表 A1-2, または 4.2 の参照から、ペレットの形状に最も適合した計算式を探し、測定すべき寸法を決定する。

8.2 選択したペレットのセットの外形寸法測定

8.2.1 以下に示す物を使用して、20 個の代表的なペレットに要求される寸法を測定および記録する。

- ノギス
- 網状スライド
- カメラを装着した顕微鏡、および分析を行う作業者が顕微鏡を使用して直接画像を測定できるソフトウェア

注 5: レーザー外形測定 — 関連情報 1 を参照。

9 面積の計算

9.1 それぞれのペレットの面積を mm^2 で計算し記録する。

9.2 20 個のペレットの表面積 (mm^2) を合計し、選択したセットの総重量 (g) で割る。

9.3 得られた結果を、 $1000 \text{ mm}^2/\text{g} = 1 \text{ m}^2/\text{kg}$ として m^2/kg に換算する。

9.4 20 個のペレットの表面積 (mm^2) の平均値および標準偏差値を算出する。

10 報告

10.1 報告書のフォーム (付属書 1) に必要な情報をすべて記入する。

付属書 1 表および報告の様式

注意: 本付属書内資料は、SEMI C69 の計算式な一部であり、2011 年 5 月 13 日、完全な投票手続きにより承認された。

A1-1 ペレットサンプルの乾燥時間

表 A1-1 ペレットサンプルの乾燥時間

ポリマータイプ		乾燥	
		時間の長さ (時間) ^{#1}	温度 (°C) ^{#1}
アクリロニトリルブタジエンスチレン Acrylonitrile Butadiene Styrene	ABS	2	82
エチレンクロロトリフルオロエチレン Ethylene chlorotrifluoroethylene	ECTFE	2	121
エチレンテトラフルオロエチレン Ethylene Tetrafluoroethylene	ETFE	2	121
フッ素化エチレンプロピレン Fluorinated Ethylene Propylene	FEP	2 ~ 4	121
高密度ポリエチレン High Density Polyethylene	HDPE	2	79
液晶ポリマー Liquid Crystal Polymer	LCP	8	149
低密度ポリエチレン Low Density Polyethylene	LDPE	2	79
ナイロン Nylon	PA	2 ~ 4	79
ポリブチレンテレフタレート Polybutylene Terephthalate	PBT	4	121
ポリカーボネート Polycarbonate	PC	4	121
PC/ABS Alloy PC/ABS 合金	PC/ABS	4	93
ポリカーボネート/アクリル合金 Polycarbonate/Acrylic Alloy	PC/PMMA	3 ~ 4	82
ポリエーテルエーテルケトン Polyetheretherketone	PEEK	3	149
ポリエーテルイミド Polyetherimide	PEI	4	149
ポリエーテルスルホン Polyethersulfone	PES	6	149
テレフタル酸ポリエチレン Polyethylene Terephthalate	PET	4	121
Modified Polyethylene Terephthalate Glycol 変性テレフタル酸ポリエチレングリコール	PETG	4	93
Perfluoroalkoxy ペルフルオロアルコキシ	PFA	2	121
脂肪族ポリケトン Aliphatic Polyketone	PK	4	60
アクリル Acrylic	PMMA	4	93
アセタール Acetal	POM	2	121
ポリプロピレン Polypropylene	PP	2	79
ポリフタラミド Polyphthalamide	PPA	6	79
Hot Water Moldable Polyphthalamide 温水で成形可能なポリフタラミド	PPA	6	79
変性ポリフェニレンオキサイド Modified Polyphenylene Oxide	PPO	2	93
ポリフェニレンサルファイド Polyphenylene Sulfide	PPS	6	149
ポリスチレン Polystyrene	PS	2	82