

SEMI C77-0912

TEST METHOD FOR DETERMINING THE COUNTING EFFICIENCY OF LIQUID-BORNE PARTICLE COUNTERS FOR WHICH THE MINIMUM DETECTABLE PARTICLE SIZE IS BETWEEN 30 nm AND 100 nm

最小可測粒径が 30nm から 100nm の範囲にある液中パーティクルカウンタの計数効率を求める試験方法

Notice: This translation is a REFERENCE COPY ONLY. If differences should exist between the English version and a translation in any other language, the English version is the official and authoritative version.

免責事項: この SEMI スタンドアードは、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 スタンドア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)。

本スタンドアードは、global Liquid Chemicals Technical Committee で技術的に承認されている。現版は 2012 年 8 月 30 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2012 年 9 月に www.semiviews.org および www.semi.org で入手可能となる。

1 目的

1.1 この文書は、最小可測粒径が 30nm から 100nm の範囲にある液中パーティクルカウンタの計数効率を求めるための試験手順を提供する。

2 範囲

2.1 この文書は、粒子個数濃度が定量された試験粒子懸濁液を試料に用いた、液中パーティクルカウンタの計数効率試験の試験システムを対象とする。

2.2 この文書では、液中パーティクルカウンタの計数効率試験の条件を定義する。

2.3 以下の内容をこの文書の対象範囲とする。

- ポリスチレンラテックス(PSL)粒子懸濁液の原液の質量濃度
- 流体、流量、圧力、体積、PSL 粒子個数濃度など、希釈率を求める要素、条件
- 被試験器(EUT)である液中パーティクルカウンタの種類(形式)
- PSL 粒子の種類(形式)
- 試験記録書の記載内容

注意: このスタンドア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 この文書は、液中パーティクルカウンタの計数効率を、単分散状の PSL 粒子を測定することで求める、試験方法に限定している。ただし、実際の測定対象試料の粒径分布は、多くの場合に多分散状で、また、その分布形状は様々である。したがって、この試験の結果と実試料の測定値には、相応の差異が生じる可能性がある。

3.2 この試験方法は、ISO 21501-2 によって定義された液中パーティクルカウンタの計数効率の試験方法を否定するものではない。さらに正確に言えば、この試験方法は、ISO21501-2 が要求する計数参照器の性能評価に有効な試験方法を提供すると考えられる。

3.3 この規格の実施・運用において、試験粒子懸濁液の個数濃度は、試験粒子の供給者(製造者)が提供する試験粒子の個数平均径と原液の粒子(固形成分)質量濃度を基に、計算によって求められる。したがって、粒径分布

の形状や質量濃度を詳細に測定し計算に反映することで、より正確な粒子個数濃度が得られる可能性がある。ただし、少なくとも粒径 50nm 以上の PSL 粒子の場合、試験粒子の製造者が提供する個数平均径と質量濃度から得られた個数濃度が、十分に妥当である実績が認識されている。

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 F63 — Guide for Ultrapure Water Used in Semiconductor Processing

SEMI F104 — Particle Test Method Guidelines for Evaluation of Components Used in Ultrapure Water and Liquid Chemical Distribution Systems

4.2 ISO Standards¹

ISO 14644-1 — Cleanrooms and Associated Controlled Environments – Part 1: Classification of Air Cleanliness

ISO 21501-2 — Determination of Particle Size Distribution – Single Particle Light Interaction Methods – Part 2: Light Scattering Liquid-Borne Particle Counter

注意： 別途指示のない場合、引用された全ての文書は最新の出版バージョンである。

5 用語

5.1 略語および頭字語

5.1.1 CV (*coefficient of variation*) — 変動係数

5.1.2 EUT (*equipment under test*) — 被試験器

注 1: この文書では、試験対象の液中パーティクルカウンタを意味する。

5.1.3 FC (*flow controller*) — 流量コントローラ

5.1.4 1st (*First*) Sample — 一次試料: PSL 粒子懸濁原液の一次希釈液

5.1.5 FM (*flow meter*) — 流量計

5.1.6 LPC (*liquid-borne particle counter*) — 液中パーティクルカウンタ

5.1.7 PSL (*polystyrene latex*) — ポリスチレンラテックス

5.1.8 UPW (*ultrapure water*) — 超純水

5.2 定義

5.2.1 バックグラウンド (*background*) — UPW が試験系に供給された場合に、LPC が計数する粒子個数濃度

5.2.2 同時通過損失 (*coincidence loss*) — LPC の粒子検出領域あるいは粒子検出信号の処理時間内に、複数の粒子が同時に存在することによる粒子の計数損失

5.2.3 最小可測粒径 (*minimum detectable particle size*) — LPC が粒径しきい値として示すことができる最小粒径

注 2: 以下の用語は、ISO 21501-2 にて定義されている。

- 粒径分解能
- 計数効率
- 偽計数
- 最小可測粒径

6 装置及び試験用材料

6.1 被試験器(EUT)

6.1.1 EUT は、光散乱現象を用いて液体中の粒子を検出する LPC とする。

6.1.2 最小可測粒径が 30nm から 100nm の範囲にある EUT を試験対象とする。

¹ International Organization for Standardization, ISO Central Secretariat, 1 rue de Varembe, Case postale 56, CH-1211 Geneva 20, Switzerland; Telephone: 41.22.749.01.11, Fax: 41.22.733.34.30, <http://www.iso.ch>

6.1.3 EUTの製造者が発行する校正証明書が、有効期限内であることが望ましい。

6.2 超純水

6.2.1 使用するUPWの比抵抗が $17\text{M}\Omega\text{cm}$ 以上であること。

6.2.2 UPWの温度が $25\pm 5^{\circ}\text{C}$ に制御されていること。

6.2.3 UPWの他の水質については、SEMI F63を参照のこと。

6.2.4 UPWの供給圧力は、EUTの使用圧力範囲内で、かつEUTの下流で、試験実施中 100 kPa (ゲージ圧)以上であること。ただし、FCとFMが正常に動作できることが確認される場合は、この圧力の下限を特に制限することは必要としない。

6.3 粒子注入装置

6.3.1 脈動がなく一定流量で粒子を注入することができる注入装置を使用すること。

6.3.2 注入装置の注入流量の精度および使用圧力範囲が明示されていること。

6.4 PSL 粒子

6.4.1 粒径が長さの国際標準にトレーサブルで、平均粒径の不確かさが $\pm 2.5\%$ 以内の単分散のPSL粒子を使用すること。

6.4.2 PSL粒子の粒径分布の幅が測定結果の不確かさ(Appendix 1の§A4を参照)に影響するので、粒径分布の標準偏差が明示されたPSL粒子を使用すべきである。

6.4.3 PSL粒子の分散液はUPWを基本とする。高濃度の界面活性剤のようにPSL粒子の粒径分布や測定値に影響を及ぼす可能性がある物質が含まれた試験粒子懸濁液は、使用すべきでない。

6.5 試験環境

6.5.1 試験環境は、ISO14644-1で定義されたISOクラス7より高潔度であることが望ましい。

6.5.2 試験環境の温度は、 $25\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内に制御されていることが必要である。

7 手順

7.1 試験系

7.1.1 図1に、この試験方法の概要図を示す。

7.1.2 標準的な試験系は、前置フィルタ、流量コントローラ(FC)、流量計(FM)、粒子注入装置、EUT、比抵抗計、温度計、圧力計およびそれらを接続する配管材で構成される。ただし、試験系に供給するUPWの水質や供給状態が明確である場合は、前置フィルタ、比抵抗計、温度計および圧力計は、必ずしも必要ではない。

7.1.3 前置フィルタの孔径、あるいは供給されるUPWの管理粒径が、評価粒子の粒径より小さいことが必要である。ただし、UPWの水質は前置フィルタの仕様だけでは、制御できない可能性があり、バックグラウンドの管理は、UPWの清浄度の制御に重要である。また、バックグラウンド試験の結果によって、前置フィルタの仕様や設置箇所を、適宜考慮することも有効である。

7.1.4 使用する流量計の許容誤差は、フルスケールあるいは適切な使用範囲において5%以内であること。また、より正確に流量は、ストップウォッチによって測定した時間中に流れた試料(UPW)の体積を、メス・シリンダーによって測定する、あるいは試料(UPW)の重さを質量計で測定することで得ることができる。また、このような方法によって流量計を校正することも好ましい。

7.1.5 図1に示す手順の概要

7.1.5.1 試験系に一定流量でUPWを供給する。供給流量は、EUTの試料流量(U_2)とバイパス流量(U_3)の合計によって管理することができる。

7.1.5.2 試験系内のUPWの圧力は、EUTの使用圧力範囲内で、かつ粒子注入装置のポンプの吐出圧力以下でなくてはならない。

7.1.5.3 図2に示す手順で希釈されたPSL粒子懸濁液を、粒子注入装置によって一定の流量で供給UPW中に連続的に注入する。

7.1.6 PSL粒子懸濁原液の一次希釈については、図2に示す手順を参照すること。

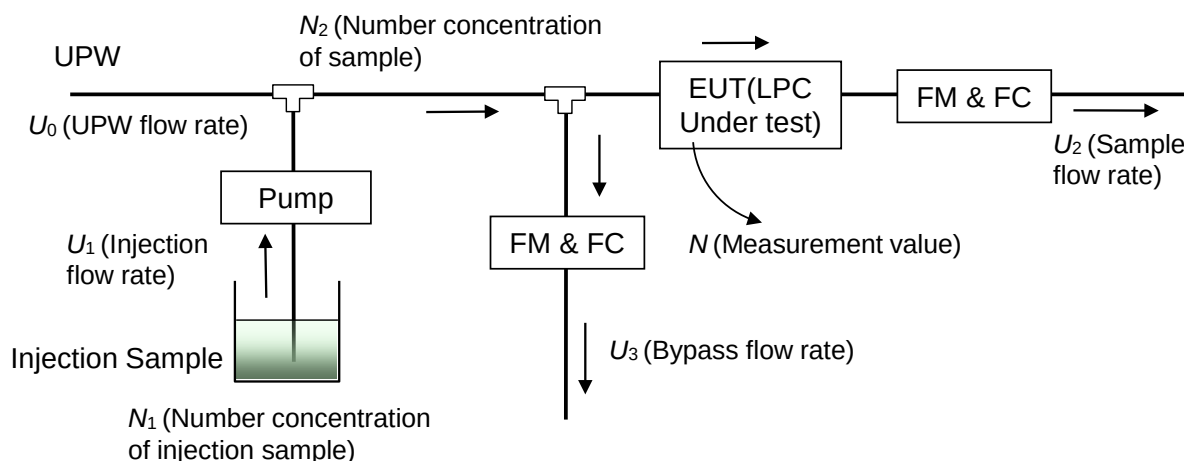


図 1
試験系の概要

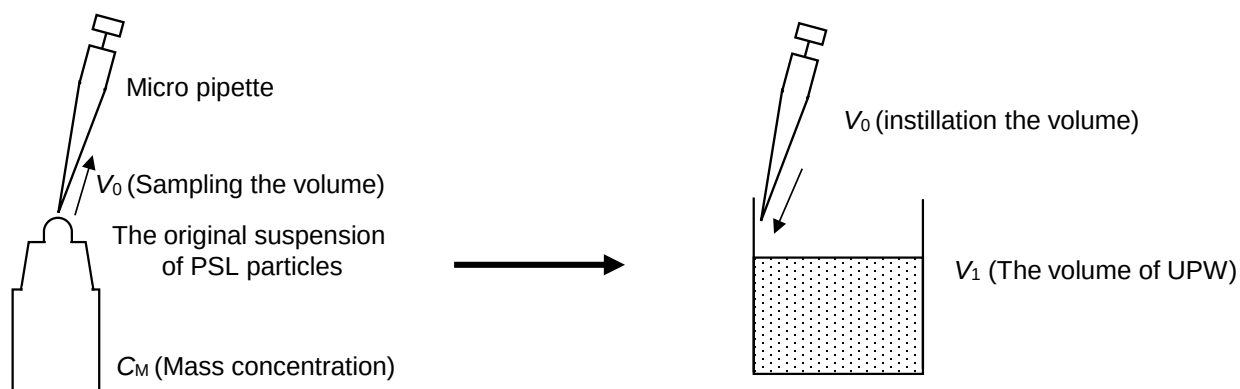


図 2
PSL 粒子の懸濁原液の一次希釈の手順概要

7.2 各パラメータの設定

7.2.1 同時通過損失による計数の誤差を生じないために、EUT に導入する PSL 粒子の個数濃度(N_2)は、EUT の最大粒子個数濃度(N_L)より十分少ないことが必要である。一方、個数濃度が低すぎる場合には、測定値の統計的な誤差(ばらつき)が大きくなる。したがって、1 分間の測定値が少なくとも 1000 個を超える濃度に調整することが望ましい。

7.2.2 以下に示す各流量と体積を、適切な値に設定する。また、精度(不確かさ)が明確な測定装置をそれぞれに用いることが必要である。

7.2.2.1 PSL 粒子懸濁原液のサンプリング体積(V_0)。

7.2.2.2 一次試料(一次希釈 PSL 懸濁液)作成に使用する UPW の体積(V_1)。

7.2.2.3 一次試料の注入流量(U_1)。

7.2.2.4 バイパス系に流れる流量(U_3)

7.2.3 EUT に供給される PSL 粒子個数濃度(N_2)は、1 式によって定義される。ここで、 N_0 は PSL 粒子懸濁原液の個数濃度(§7.3 を参照)、 U_2 は EUT の定格試料流量を意味する。実際の試験においては、 $U_2 + U_3$ の値を $U_0 + U_1$ に代用することで、EUT の下流で供給流量を測定することができる。

$$N_2 = N_0 \frac{V_0}{(V_0 + V_1)} \frac{U_1}{(U_0 + U_1)} \quad (1)$$

7.2.4 各パラメータの設定例 — 平均径 61nm の PSL 粒子を試験に用いる場合、PSL 粒子懸濁液の質量濃度を 1%とすると(市販製品の多くが 1%である)、原液の PSL 粒子個数濃度は、約 7.8×10^{13} 個/mL になる。EUT に供給する粒子個数濃度を仮に 4000 個/mL 程度とすると、各パラメータを以下のように設定することで実現できる。(対象となる EUT の実際の最大個数濃度の多くは、24000 個/mL 以下である)。

- V_0 : 1 μ L
- V_1 : 1000 mL
- U_0 : 1000 mL/分
- U_1 : 50 μ L/分
- U_2 : 20 mL/分
- $N_2 = 7.8 \times 10^{13} \times (0.001 / (1000 + 0.001)) \times (0.05 / (1000 + 0.05))$
= 3900 個/mL

注 3: EUT がバイパス・フロー・システムを内蔵している場合、実際に測定対象となる試料流量を確認することが必要である。

7.3 一次試料(PSL 粒子懸濁原液の一次希釈)の作成

7.3.1 PSL 粒子懸濁原液(N_0)の個数濃度は、2 式によって、PSL 粒子懸濁原液の仕様に記された質量濃度(C_M)から求まる。PSL 粒子は、ほぼ粒径が一樣の真球形状と見なすことができるので、個数濃度平均径(D_0)を代表的な粒径として使用することができる。

$$N_0 = \frac{C_M \rho_0}{V_p \rho_p} \quad (2)$$

$$\therefore V_p = \frac{\pi D_0^3}{6} \quad (3)$$

ここで、 V_p は PSL 粒子 1 個の体積、 ρ_p は粒子の密度、 ρ_0 は PSL 粒子懸濁原液の密度である。実際の ρ_0 は、ほとんど UPW の密度と同じとして扱うことができる(付属書 1 の A1-14 式を参照)。

注 4: C_M は、PSL 粒子懸濁原液の質量に対する、含有全固形物の質量の比率(質量濃度)。

7.3.2 V_0 は、マイクロピペットに設定したサンプリング量で規定される。

注 5: マイクロピペットの精度が明確であること。

注 6: マイクロピペット内の汚染は、使用前に十分に除去すること。

7.3.3 マイクロピペットでサンプリングした PSL 粒子懸濁原液を、既知の体積(V_1)の UPW に滴下する。

注 7: UPW や容器が十分に清浄であること。

7.3.4 一次試料の粒子個数濃度は、注入試料の個数濃度(N_1)に相当する。 N_1 は 4 式で示される。

$$N_1 = N_0 \frac{V_0}{V_0 + V_1} \quad (4)$$

7.4 試験系のバックグラウンド

7.4.1 バックグラウンド試験は、試験用 PSL 粒子を注入する前に実施しなくてはならない(図 1 を参照)。

7.4.2 試験系に EUT を設置する。

7.4.3 U_1 , U_2 , U_3 は EUT 評価試験と同じ値を設定しなくてはならない。

7.4.3.1 注入する試料は、UPW でなくてはならない。

7.4.3.2 試料の供給圧力は、EUT の使用圧力範囲内でなくてはならない。

7.4.4 バックグラウンド測定は、測定値が安定するまで、少なくとも 10 分以上は継続することが必要である。

7.4.4.1 少なくとも 1 分間隔程度の短時間測定の繰り返しで、連続した粒子数の測定値を記録することが望ましい。

7.4.4.2 バックグラウンド粒子の個数濃度が、EUT に導入する粒子個数濃度(N_2)の 1/100 以下であること。

7.4.4.3 5 回の測定値の平均値をもって、バックグラウンド粒子数として評価する。