

SEMI F27-0997 (Reapproved 0611)

ガス配分システムおよび部品の水分相互作用および含有量の気圧電離質量分析 (APIMS) による、テスト方法

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、Gases Global Technical 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。初版は 1997 年 9 月発行。前版は 2003 年 11 月発行。

NOTICE: This Standard or Safety Guideline has an Inactive Status because the conditions to maintain Current Status have not been met. Inactive Standards or Safety Guidelines are available from SEMI and continue to be valid for use.

1 目的

1.1 このテストは、除去可能な水分量および微量なガス相水分との相互作用の程度を、ガス配分システムおよび部品に関して測定することである。APIMS は現在そのようなテストに対する最良の方法である。なぜならこの方法は ppt (1 兆分の 1) 単位の微量水分を分析するため実用化された唯一の方法であり、また反応時間が優れているからである。この方法は、APIMS に類似の検出限界および反応時間を有するが現在まだ実用化されていない他の方法を適用する際の指針とすることもできる。

1.2 このテストの結果は、システムおよび部品の品質の格付けに使用でき、また熟練した使用者ならば、配分システム挙動の数値的シミュレーションの入力値としても使用できる。

2 範囲

2.1 システムおよび部品の種類 — この手順は、半導体ガス配分システムにおいてエレクトロニクスグレード材料を通すため使用されるインライン部品に適用される。次の部品は、この方法でテストすると意味のある結果が得られると予想される。即ち管、コネクタ (継手)、パーティクルフィルタ、バルブ (チェック、リリーフ、シャットオフおよびメタリング)、レギュレータ、フローズルーのトランスデューサ/センサ、マスフローコントローラおよびメーターである。滞留部を持つ部品、例えば圧力ゲージのような部品もこの方法によってテストできる。しかし、結果は解釈が困難である。滞留部を持つ部品をテストするためには、ここで考慮した基準の他に追加の基準を作成する必要がある。

2.1.1 ガス相水分レベルは表面からの脱着によって支配されるので、この手順は、表面積の大きい部品、例えばパーティクルフィルタや管のような部品に最も役立つと予想される。湿潤表面積が非常に小さな部品は、その水分相互作用が小さすぎてこのテストでは測定できない場合がある。チェックバルブとリリーフバルブがテストできるのは、それらの操作パラメータがテスト条件と一致しているときだけである。

2.1.2 管サンプルは有用な結果を得るには相当長く (3~4 メートルで) なければならない。しかし、それらを実際にテスト作業台に載せるため U 字形に曲げることができる。曲率半径は管の内径の 6 倍以上とする必要がある。また曲げる個所はできるだけ少なくするべきである。現在、超高純度部品は大多数が

金属ガスケットコネクタを付けて供給される。したがって、使用されるテスト作業台はこれに合うコネクタを備えているべきである。この種の継手は通常、管に溶接されているがこれは推奨できない。実験結果にバラツキを生じそれが管理できないからである。その代わりとして、管の圧縮継手または適切なアダプタを使用すべきである。圧縮継手は最初に接続してから一連のテストが終わるまで外すべきではない。こうすれば、接続が完全に維持できる。ガスケットを圧縮継手に接続するアダプタは同じ種類のアダプタを使用して、全ての管サンプルをテストすべきである。

2.1.3 精製器は特別のテスト手順を要求するのでここでは述べていない。

2.1.4 ラインに接続される部品から成る単純なシステムは、本方法によってテストできる。複雑なシステム（即ち2つ以上の入口および／または出口がとれるシステム）は、テスト構成（どの入口および出口を選ぶか）によってその性能が異なる。このようなシステムのテストについては本文書では述べていない。

2.2 ガス — この手順は窒素ガスで行われる。その結果として水分の寄与に関する格付けがえられるが、窒素ガス以外の他のガス流で使用される部品に結果を適用する際は注意が必要である。他の「不活性」ガスはそれぞれ異なるパーシステンス特性を有し、部品を乾燥させる速度に速い遅いがある。反応ガスは水分と化学的に反応する場合がある。耐腐食性に関する考察は本文書の適用範囲外である。但しこのテスト手順は腐食検査において有用である場合がある。

2.3 操作状態 — 部品からの水分寄与は、部品の製造中で発生する汚染の結果であり、またはその後の大気または乾いていないガスに曝されることから起きる。したがって、主要な2つの状態を考慮する必要がある：

1. 「初期のドライダウン」状態。これを決定するのは受領した部品の水分含有量であって、製造工程および設計、表面の質、前処理および包装の影響を全て受けている水分含有量である。
2. 「アップセット反応」状態。これを決定するのは部品が吸収し、受領後の露出中にその後放散した水分量である。

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上の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項を決定し、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 本テスト方法によって水分相互作用を判定できる。例えば水分相互作用の多い部品から少ない部品の順に部品を格付けできる。どの程度の水分相互作用が望ましいか状況によって異なるので、「最良」部品を選択するには、その部品が配分システムの中でどのように使用されるかを、品質的にまたは配分システム挙動の数値的シミュレーションを通じて、考慮する必要がある。

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 C15 — Test Method for ppm and ppb Humidity Standards

注意： 別途指示のない場合、引用された全ての文書は最新版を指す。

5 用語

5.1 略語および頭字語

5.1.1 APIMS (atmospheric pressure ionization mass spectrometry) — 大気圧イオン化質量分光計

5.1.2 EPSS (electropolished stainless steel) — 電解研磨ステンレススチール

5.1.3 MFC (mass flow controller) — マスフローコントローラ

5.1.4 ppm — 100 万当たりのモル数（マイクロモル／モル）。ppmv と同じ。

5.1.5 *ppb* — 10 億当たりのモル数（ナノモル／モル）。*ppbv* と同じ。

5.1.6 *ppt* — 1 兆当たりのモル数（ピコモル／モル）。*pptv* と同じ。

5.2 定義

5.2.1 *誘導時間* — 湿潤化ガスがテスト部品に入力された時から水分が水分分析器によって検出される時までの経過時間。水分を完全に透過するシステムおよび部品の場合、誘導時間はシステム内でのガスの残留時間に等しい。

5.2.2 *ピーク高さ* — あらかじめ定められた長さおよび濃度の水分入力がテスト部品に導入されるとき記録される最大の水分濃度。

6 要求される機器

6.1 *APIMS* — 水分検出に使用される APIMS はどのタイプのものでもよい。有効であると考えられるために、どんな水分テストシリーズでも、2 つの単一点校正を基準とすること。一つはシリーズの始め、他の一つはシリーズの終わりである。これらの校正は両方とも、同じ分析条件（流量、圧力、プレート電圧など）の下で行われ、テストおよび結果が互いに 5%以内にあること。この条件が満たされる限り校正の間隔は作業者の裁量で決めてよい。しかしながら、機器を移動した都度、および／または2週間操作した度毎に校正を行うことが望ましい。

6.2 *乾いたガスおよび水分発生器* — 非常に乾燥した窒素（100 ppt 未満の水分）の供給源および 50 ppb の水分でドープされた最高 13 slm の窒素を供給できる水分発生器が要求される。この発生器は APIMS を校正するために使用されるのと同じ物でよい。発生器の出力は SEMI C15 によって検証されること。

6.2.1 現在、超高純度部品は大多数が金属ガスケットタイプのコネクタを付けて供給される。それゆえ、同じタイプのコネクタがテスト作業台に組み込まれ、テスト部品に接続されるべきである。

6.3 *テストブランク* — どのような一連のテストでもブランクをテストした結果を含むこと。ブランクは 1/4 インチの電解研磨したステンレススチール（EPSS）管をなるべく短く（1 メートル以下）して、適切な継手および／またはアダプタを管の先端につけ、テスト試料の代わりに挿入できるようにする。

6.4 *水分パルス発生器* — 乾燥窒素ガスと湿潤窒素ガスを迅速に切り替えることができるバルブ配置が要求される。そのような設計の一例を図 1 に示す。この設計では、湿潤ガス配管と乾燥ガス配管の両方に常にガス流が維持される。バルブ V_1 および V_3 あるいは、バルブ V_2 および V_3 を同時に開閉して、湿潤または乾燥ガスの何れかを試験試料を通じて流し、同時に他方のガスは排気する。バイパスループを設け、テスト試料を取り外してもガス流が APIMS に入るようにしてある。この設計では全ての配管、 V_1 と V_3 の間、および V_2 と V_3 の間の配管はできるだけ短して、高品質の EPSS の管を使用すべきである。可能な場合は常に、ガス配管の温度を 50 と 80°との間で一定に保つことが望ましい。