

SEMI F55-0600 (Reapproved 0412)

TEST METHOD FOR DETERMINING THE CORROSION RESISTANCE OF MASS FLOW CONTROLLERS

マスフローコントローラの耐腐食性を求めるための試験方法

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、Gases Global Technical Committee で技術的に承認されている。現版は 2011 年 12 月 24 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2012 年 4 月に www.semiviews.org および www.semi.org で入手可能となる。初版は 2000 年 6 月発行。前版は 2007 年 3 月発行。

注意: 本文書は、編集上の修正を伴い、再承認された。

1 目的

1.1 マスフローコントローラ (MFC) は、好ましくない条件のもとで腐食性ガスを制御するために使用されることが多い。この試験方法は、腐蝕によって誘発される欠陥に対する相対的耐性に基づいて MFC 設計を区別するのに役立つことを意図している。

2 範囲

2.1 この試験は、HCl などの腐食性ガスが大気中の水分などの酸化剤によって汚染されているときに起こる腐蝕の影響を示すことを目的とする。この試験の目的に望ましい試験ガスは HCl であるが、他のガスでもこの試験を実施することができる。この試験方法では、MFC を対象とした腐食性ガス曝露試験について説明する。この試験は、半導体産業で使用されるプロセス装置とガスシステムの内部に見られる状態をシミュレートしながら、腐蝕を加速することを意図している。腐蝕と性能との関係は MFC 設計によって異なる場合があるため、腐蝕は直接測定されない。腐蝕の影響は、MFC の校正における変化と他の動作パラメータを観察することによって検出する。

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 この試験方法では、試験設備を変えても比較可能な計量値が得られると期待してはならない。

3.2 結果は、試験装置の組み立てに使用した方法によって損なわれる可能性がある。

3.3 この試験は、破壊試験として設計されている。試験された MFC は廃棄される。この試験は、HCl または類似の腐食性の高い気体環境で使用する目的で製造された MFC のみを対象としている。非腐食サービス用に製造された MFC をこの方法によって試験すると、漏洩またはそれ以外の大きな故障を発生させ

る可能性がある。試験ベッドの構築と操作における実際的な理由によって、試験サンプルは 100 sccm N₂ と同等のフルスケール (FS) 流量に制限される場合がある。

3.4 この方法では、腐食剤に曝された後のガスで水分を含む表面を直接分析または検査することで腐食を測定するのではない。腐蝕プロセスの結果生じる排出ガス流内のパーティクルを検出することはしない。

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 F1 — Specification for Leak Integrity of High-Purity Gas Piping Systems and Components

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 頭字語と略語

5.1.1 DUT — 被試験デバイス

5.1.2 FS — フルスケール

5.1.3 kPa — キロパスカル

5.1.4 MFC — マスフローコントローラ

5.1.5 MFM — マスフローメータ

5.1.6 ppbv — 体積で 10 億分の 1

5.1.7 ppmv — 体積で 100 万分の 1

5.1.8 sccm — 0°C の標準温度と 101.32 kPa の標準圧力を使用した 1 分あたりの標準立方センチメートル

5.2 定義

5.2.1 実流量 (*actual flow*) — 本スタンダードの目的に対する基準流量計の出力値。

5.2.2 周囲温度 (*ambient temperature*) — デバイスを取り囲む媒体の温度。研究室の通常のベンチトップ条件下では、周囲温度は部屋の温度である。

5.2.3 指示流量 (*indicated flow*) — 被試験デバイス (DUT) の電気出力。

5.2.4 バルブドライブ (*valve drive*) — 制御バルブに供給される電力レベルに類似した DUT からの電気出力。この出力はバルブ電圧とも呼ばれる。

6 方法の概要

6.1 腐食性ガスと水分を含む N₂ を、乾燥 N₂ ガスパージを間に挟んで交互に DUT に流す。試験 MFC を所定の期間モニタして、腐蝕の結果生じる性能の変化を調べる。

6.2 この試験は、腐食剤と水分に交互に曝される条件の影響について加速シミュレーションを行うことを意図している。この試験では、腐蝕が校正に影響を及ぼすまでの時間の長さを記録する。腐蝕故障に対してより大きな耐性を持つ MFC は、試験条件下でより長時間耐えなければならない。乾燥 N₂ ガスのパージによって、腐食性ガスと水分を含むガスに対する各 MFC の曝露が分離される。このパージは腐食サービスでうまく機能する設計の MFC に有利となる。これらの MFC は限定されたパージで速く乾燥するからである。

6.3 この方法には、検定のために試験される部品の相対的性能比較が可能なデータを提供することが期待される。

7 干渉

7.1 HCl に曝露されるガスシステム部分は、試験シーケンスの間に交換またはクリーニングおよび再生が必要となる場合がある。これは、DUT が早めに汚染されることによってその後の試験が無効となるのを避けるためである。システム設計とメンテナンスにあたり、上流配管部品から流れる腐蝕副生成物としてのパーティクルを最小限に抑えて、DUT に影響を及ぼさないように注意する。

8 装置

8.1 封じ込めシステム – DUT またはガスシステムで発生する可能性のある腐食性ガスの漏洩を封じ込める。システムの腐食性ガスを格納する部分は、適切に二次封じ込めをしなければならない。

8.2 電源, 制御, およびデータ収集デバイス – 1 秒間にデータを 20 回記録することができる。信号は 1 mV 以上の精度で測定すること。データは、ボルト, sccm, または FS に対するパーセントなど都合の良い単位で記録することができる。分析と報告のためには、データはバルブドライブを除いて、FS に対するパーセントに変換しなければならない。バルブドライブ値は、最大ドライブのパーセントまたはボルトのいずれかで報告される。

8.3 DUT

8.4 データ取得システム – 試験の連続実施とデータ収集を容易にするため、データ収集システムとして推奨される。

8.5 配管 – 電解研磨された 316L ステンレススチールまたは 316L と比較してそれ以上の耐腐食性を示す他の材料から組み立てられた配管とガス切り換えバルブであること。水蒸気を保持したり水蒸気に対して透過性のあるプラスチックなどの材料使用は適切でない。すべて金属でシールされたバルブ（エラストマーではない）が簡単に入手可能であるので、それを使用すること。

8.6 試験配管は、一般的 DUT が作動している半導体プロセスガス配管に見られる技術レベルを示すことを目的としている。

8.7 フィルタは汚染を留める可能性があり、さらにガスタイプを替えるのが難しいので、DUT の直ぐ上流側に指定されることはない。

8.8 乾燥 N_2 ソース – 水分レベルが 50 ppbv 以下の圧力調整済みソース。

8.9 乾燥 HCl ソース – 水分レベルが 500 ppbv 以下の圧力調整済みソース。

8.10 基準流量計 – 基準流量計は、校正証明によってたどることができ、 N_2 には、5%を超える DUT の精度の FS N_2 と等価フロー範囲の 100%から 125% FS フローに校正し、3 時間を超える期間にわたって 0.5% FS から繰り返し 0.15%まで直線性を持って、試験の継続期間中試験フローの 0.3%を再現可能であること。

8.11 水分ジェネレーター N_2 内に 100 ppmv ($\mu\text{L/L}$) $\pm 20\%$ の濃度の水蒸気を送り込む。

8.12 水分分析器 – 水分ジェネレータの出力を定期的に確かめる。

9 試薬と材料

9.1 HCl

9.2 N_2

10 安全予防措置

10.1 本スタンダードは危険な材料、操作、および装置を必要とする場合がある。本スタンダードは、その使用に関連する安全上の問題すべてに対処することを目的としているわけではない。適切な安全および健康に関わる対策を確立し、使用前に規制上の制限事項の適用を決定するのは、本スタンダードのユーザ責任である。

注 1: DUT は、この試験終了後に腐食物質で汚染されている。取り扱いには注意しなければならない。汚染された DUT は、適切に除染する必要がある。

10.2 この試験に取りかかる前に、腐食性ガスに対する安全な取扱方を熟知する。

11 装置の準備

11.1 試験装置は、既知レベルの水蒸気を含有する 3 種のガス（乾燥 N_2 、乾燥 HCl、および N_2 ）のソースである。各ガスを複合汚染を最少にして個別に DUT を通すため、バルブで調節することができる。DUT は、いずれの場合もガス流量を積極的に制御する。この後、ガスはスクラバー排気システムに流れ安全に処分されるか、または再生システムに流れる。乾燥 N_2 供給ライン内の基準流量計の用途は、乾燥 N_2 が 2 台のデバイスを直列に流れるときの、DUT の校正の変化を検出することである。

11.2 セットアップ概略図 – 試験装置の概略図に関しては、図 1 を参照のこと。この概略図は、実際のシステムに要求されるすべての部品について詳細に示すものではない。

11.3 メーカー推奨電力を DUT に供給する。MFC の設定値とパージコマンドを与える（利用可能な場合）。以下を監視する。

11.3.1 DUT 設定値入力。

11.3.2 DUT 指示フロー出力。

11.3.3 DUT バルブドライブの出力（利用可能な場合）。

11.3.4 実流量（基準流量計の出力）。

11.4 それぞれの試験ガス中に適切なレベルの水分が存在することを確認する。

11.5 DUT から排気システムまでのライン内で乾燥 N_2 の一定流量を維持するパージフローループを備える。このループ内の流量は、特に DUT 内への流量が測定値ゼロのために遮断されたとき、排気システム内で発生する水分が DUT 内に拡散するのを防ぐのに十分な量でなければならない。

11.6 水分ジェネレータが乾燥 N_2 を供給するのと同じ N_2 ソースから供給を受ける場合、水分ジェネレータから乾燥 N_2 ラインへ水分が拡散するのを防止するための予防措置を講ずる。その予防措置には、別個の圧力調整弁や他のバルブの使用等がある。

11.7 水分ジェネレータは、一般に安定するのに時間がかかる。連続フローを試験中水分ジェネレータに維持しなければならないのは、安定した水分フローを維持するためである。このため、DUT を通過して流れないときは、ベントに出力フローを逃がすことが必要な場合がある。

11.8 適切な水分分析器を使用して、水分を含む N_2 の水分濃度を定期的に確認する。

11.9 すべての装置に関して、メーカーのセットアップ手順に従う。

11.10 $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ の周囲温度で試験を行う。

11.11 試験を開始する前に、DUT 水分ジェネレータ、流量計、その他の計器を 24 時間室温で安定させておかなければならない。この安定化時間中はガスを流す必要はない。

11.12 HCl が含まれる可能性のある配管システムのすべての部分は、HCl をシステムに送り込む前に SEMI F1 に従ってヘリウム漏洩試験をしなければならない。DUT またはその他の部品を変更する場合、少なくとも変更したシステムのその部分を再試験しなければならない。

注 2: 腐食性ガスシステム内の小さな漏洩は、前触れなしに大きくなる可能性がある。

12 校正および標準化

12.1 適切なスタンダード研究室まで追跡できる最新スタンダードを使用して、すべての計器を校正する。適切なスタンダードがない場合、校正に対するメーカー推奨案を使用すること。