

SEMI F67-1101

不活性ガス精製装置キャパシティを決定する試験方法

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。

本試験方法は、Global Facilities Committee において技術的に承認されたものであり、North American Facilities Committee が直接責任を負うものである。現版は 2001 年 8 月 27 日に North American Regional Standards Committee にて承認された。2001 年 9 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2001 年 11 月発行に至る。

1 目的

1.1 本文書の目的は、不活性ガスの不純物除去能力を定量する試験方法を定義することである。

2 範囲

2.1 ブレークスルー点においてガス純化器の不純物能力を決定すること。能力試験は、純粋なゼロガスに所定のガス不純物を ppm レベルで添加し、活性不純種に対する試験精製装置の排出物をモニターすることで行う。

注 1: 数々の不純物を除去する精製装置に対して二種以上の不純物を混合するのは、能力を決定するためのより代表的な方法である。

2.2 本文書は、入口純度が 99.9995 % 以上である使用点 (POU) 不活性ガス精製器のためを意図している。

2.3 本スタンダードは、その使用に関連した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 制限

3.1 この方法に特有の制限は、ユーザーが採用している分析計器の検出限界 (LOD) である。

3.2 ユーザーの適用、流量、圧力及び温度、が試験条件と同一である場合、精製装置の能力結果を比較するために本試験方法を使用することが可能である。異なるユーザー及び／または異なる運転条件では、異なる精製装置性能結果を生じることがある。

3.3 不純物の混合の試験においては、不純物の中に能力結果に影響するものがある。試験を行う前に、メーカーと打ち合わせを行うことが大いに推奨される。

3.4 本試験方法は微粒子に適用しない。

3.5 適切な流量に対して精製装置サイズが決まっている場合、異なる精製装置の能力を比較するためにだけ本試験方法を適用することができる。異なる最大流量定格の精製装置を比較すると、誤った情報を生じることがある。

3.6 本試験方法では、チャレンジガスに使用する不純物に対する能力情報だけが入手できる。

4 参照スタンダード

4.1 SEMI スタンダード

SEMI E29 — Standard Terminology for the Calibration of Mass Flow Controllers and Mass Flow Meters

SEMI F6 — Guide for Secondary Containment of Hazardous Gas Piping Systems

SEMI F22 — Guide for Gas Distribution Systems

SEMI F33 — Method for Calibration of Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometer (APIMS)

4.2 ANSI スタンダード¹

ANSI B46.1 — Surface Texture (Surface Roughness, Waviness, and Lay)

注 2: 他に表示がなければ、引用文書はすべて最新発行版とする。

5 用語

5.1 略語及び頭字語

5.1.1 APIMS — 大気圧イオン化質量分光計

5.1.2 °C — 摂氏温度

5.1.3 DUT — 供試機器

5.1.4 °F — 華氏温度

5.1.5 in — インチ

5.1.6 kPa — キロパスカル

¹ American National Standards Institute

注: SEMI による書面での了承なき場合は、本書の全部もしくは一部の転載を禁じる。

© Semiconductor Equipment and Materials International (<http://www.semi.org/>)

© SEMI ジャパン 〒102-0074 東京都千代田区九段南 4-7-15 健和ビル 7 階

- 5.1.7 LOD — 検出器の限界
- 5.1.8 m — メートル
- 5.1.9 MFC — マスフローコントローラ
- 5.1.10 NMHC — 非メタン炭化水素
- 5.1.11 POU — 使用点
- 5.1.12 ppb — 十億分の一, 体積ベース
- 5.1.13 ppm — 百万分の一, 体積ベース
- 5.1.14 psi — ポンド毎平方インチ
- 5.1.15 psia — ポンド毎平方インチ, 絶対値
- 5.1.16 psig — ポンド毎平方インチ, ゲージ
- 5.1.17 R_a — 平均表面粗度 (ANSI B46.1 に規定)
- 5.1.18 $R_{a, \max}$ — 最大表面粗度 (ANSI B46.1 に規定)
- 5.1.19 s — 秒
- 5.1.20 sccm — 標準立法センチメートル毎分
- 5.1.21 slpm — 標準リッター毎分
- 5.2 定義
- 5.2.1 起動(activation) — 精製装置媒体をガス不純物に化学的に活性化させる初期プロセス
- 5.2.2 起動温度(activation temperature) — DUT が初期起動される温度
- 5.2.3 大気圧イオン化質量分光計 (APIMS) (atmospheric pressure ionization mass spectrometer) — 気相不純物がバルクガスと電荷交換反応を介してイオン化する大気圧イオン源を持つ計器。これらイオンを真空チャンバに注入し、そこで質量分析器で分離して、電子増幅管で検出する。
- 5.2.3.1 イオン源(ion source) — 質量分析器の一部であり、電子衝撃、科学的イオン化または電荷交換によってサンプルイオンを発生する。
- 5.2.3.2 質量分析器(mass analyzer) — 電界及び／または磁界を使って、その質量－電荷 (m/e) 率に基づいた電荷粒子またはイオンを分離する機器。質量分析器の例として、四極、磁気及び／または電気区画、飛行時間及びイオントラップを含む。
- 5.2.3.3 電子増幅管(electron multiplier) — 正／負イオンなどの電気－磁気現象を検出、増幅する機器。
- 5.2.4 背圧レギュレータ(back pressure regulator) — 機械的または電氣的センサー及び制御機器から

なる自己完結型機器で、通常、半導体産業で使用され、レギュレータ上流を定圧に維持する。

5.2.5 ブレークスルー(breakthrough) — 精製装置排気内の個々の不純物レベルが、メーカーが規定したレベルを超過した時間点。代表的には、1 – 100 ppb の範囲にある。

5.2.6 チャレンジガス(challenge gas) — ガス不純物を高レベルに含むガス混合。代表的には、あるチャレンジガスは試験継続時間を短縮するために 500 ppm から 1 %の間の不純物を含む。しかし、不純物が 1 – 10 ppm の範囲のチャレンジガスがより一般的である。

5.2.7 ガス状不純物(gaseous impurities) — プロセスまたはベースガス以外のガス流に含まれるガス状成分及び化合物

5.2.8 不純物分析器(impurity analyzer) — ガス流中の望みの不純物濃度を ppm からパーセント(%)濃度範囲まで測定する適切な分析器

5.2.9 不活性ガス(inert gas) — 周囲条件の下で、他の材料または薬品と化学的に反応しないガス

5.2.10 検出限界(LOD)(limit of detection) — 計器が検出できる最低濃度。一般的に、LOD は平均雑音レベル(SEMI F6, 計器の下限検出限界を参照)の標準偏差の三倍と規定される。

5.2.11 マスフローコントローラ (MFC) (mass flow controller) — マスフロー変換器、制御弁並びに制御及び信号処理電子回路からなる自己完結型機器で、一般的に、半導体産業で使用され、ガスのマスフロー (SEMI E29 に定義あり) 測定及び調節に使われる。

5.2.12 純粋ガス(pure gas) — 最小純度 99.9995 % の不活性ガスで、DUT で除去するよう規定された不純物がそれぞれ 1 ppb を超えないもの

5.2.13 精製装置(purifier) — 一般的に、圧力容器内に触媒(反応性ゲッター)、樹脂または硅藻材料を持ち、ガス流から微粒子及び／または微量ガス不純物を除去する装置 (SEMI F22 に定義されているとおり)。

5.2.14 精製装置能力(purifier capacity) — 純化媒体に吸収する各微量ガス不純物の全量。リッター不純物／リッター純化媒体として定義される。

5.2.15 再生(regeneration) — 純化媒体を再活性化するプロセス

5.2.16 試験継続時間(test duration) — 試験手順を完了するのに要する全時間

5.2.17 試験フローレート(test flow rate) — DUT を通過する流量(slp_m)

5.2.18 試験圧(test pressure) — DUT のすぐ上流の圧力

5.2.19 試験温度(test temperature) — DUT の動作温度

5.2.20 超微量分析計測器(ultratrace analytical instrumentation) — 顧客の指定するレベル, ppb またはサブ ppb レベルで, 所定のすべての不純物を測定する十分な感度をもつ計測器

5.2.21 ゼロガス(zero gas) — 所定の各不純物に対する最低校正点よりかなり, またはより小さい推定レベルをもつ窒素, アルゴン, ヘリウムまたは水素

6 方法のまとめ

6.1 本方法を使用すると, ユーザーが所定の不活性ガス精製装置のその不純物に対する除去能力を定量することができるようになる。

7 安全注意事項

7.1 本試験方法は, 危険な材料, 操作及び装置を含んでいることがある。本試験方法は, その適用に関連した安全面への配慮を取り扱うことを意図していない。この方法の使用者は, その責任において, 使用前に適切な安全及び健康上の作業方法を確立し, また規制上の制限への適用性を判断するものである。

7.2 DUT からの排気は適切に発散させるのが望ましい。

7.3 精製装置の試験には, 適切なガスだけを使用するのが望ましい。適切でないガスを使用すると発熱反応や爆発の可能性がある。

7.4 電気放電または機械的摩擦は, ゲッター内で燃焼を引き起こすことがある。静電気荷電が蓄積する状況避けること。

7.5 精製装置は一般的に 1 %未満の不純物レベルで使用するよう設計されているので, 空気またはその他適切でないガスの精製に使用してはならない。特定ガスに適切かどうかについては, メーカーに相談すること。

7.6 精製装置を室内空気(濾過済み空気にも)に露出するのを最小にするよう注意すること。室内の空気が精製装置と化学的に反応することがあり, 精製装置の寿命を短縮することがある。メーカーの設置手順に従うこと。

8 試験プロトコル

8.1 試験条件

8.1.1 試験はメーカーの推奨取扱手順に従って, 新規媒体を稼動または既存精製装置媒体を再生させて行うことが望ましい。

8.1.2 試験は 18°C (64°F) と 26°C (78°F) の間に保持した室温で行わなければならない。この範囲における環境温度変動は, 不純物レベル検出に使用する計測に何ら測定可能な影響があるとは考えられない。計器メーカーの操作手順に従うこと。

8.1.3 高不純物チャレンジガスで行う試験は, 試験結果を変えることがある。試験中の大きな温度変化は, 能力結果に悪影響または誤りを生じる可能性がある。

8.1.4 1 不純物以上の混合で, 不純物間に競合反応が生じることがあり, 異なる結果につながる可能性がある。

8.2 機器

8.2.1 材料

8.2.1.1 試験用ガス — 純粋ガスとチャレンジガスの混合。適切な濃度レベルを選択する。初期調査には, より高濃度範囲, 例えば, 500 ppm から 1 %, が各所定の不純物に推奨される。長期にわたって行う代表的な調査では, 各所定不純物に対して 1 – 10 ppm が推奨される。

8.2.1.2 圧力調整器 — すべてのぬれ内面は, できれば, システム圧力を制御するため, 内部表面仕上げが $0.18 \mu\text{m}$ (7 μin) R_a 及び $0.25 \mu\text{m}$ (10 μin) $R_{a,\text{max}}$ の電解研磨 316L ステンレススチールで作られていることが望ましい。

8.2.1.3 圧力計 — すべてのぬれ内面は, できれば, システム圧力をモニターするため, 内部表面仕上げが $0.18 \mu\text{m}$ (7 μin) R_a 及び $0.25 \mu\text{m}$ (10 μin) $R_{a,\text{max}}$ の電解研磨 316L ステンレススチールで作られていることが望ましい。

8.2.1.4 標準試験フロー — 適切なマスフロー機器を使用する。純粋ガスに対して, 適切な範囲 0 – 50 slp_m の MFC を推奨する。チャレンジガスに対して, 適切な範囲 0 – 25 sccm 及び 0 – 1 slp_m の各種 MFC を推奨する。

8.2.1.5 配管 — ガスの配送のため内部表面仕上げ $0.18 \mu\text{m}$ (7 μin) R_a 及び $0.25 \mu\text{m}$ (10 μin) $R_{a,\text{max}}$ の電解研磨 316L ステンレススチールで作製する。

8.2.1.6 継手 — 適切なサイズの表面シール継手を使用する。