

SEMI F68-1101

精製器の効率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。

本試験方法は、Global Facilities & Control Committee で技術的に承認されたもので、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 にて承認されている。2001 年 9 月にまず www.semi.org で入手可能、2001 年 11 月発行に至る。

1 目的

1.1 本文書の目的は、精製器がマトリクスガスから活性ガス状不純物を除去する効率を定量する試験方法を規定することである。

2 範囲

2.1 ガス精製器が、対象不純物種を除去する効率を測定する。効率試験はガス状不純物を ppm レベルで高純度マトリクスガスに添加し、活性不純物種に対する試験精製装置の排気をモニタすることで行う。試験はメーカーの推奨する流量、運転温度及び圧力で行う。

2.2 精製器の瞬間効率の測定方法を確立する。

2.3 本試験方法は、ユースポイント (POU) 及び大型精製器に適用される。

2.4 本方法は UHP での低レベル汚染を効率的に除去するためのものである。

2.5 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利用者は、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 この方法固有の制限は、使用者が採用している分析計器の検出限界 (LOD) である。

3.2 本試験方法を精製器の効率測定結果を比較するために使用できるのは、使用者が適用する流量、圧力及び温度が試験条件と同一である場合に限定される。

3.3 混合した不純物の試験では、不純物が他の不純物の効率測定結果に影響する場合がある。試験を行う前に、メーカーと打ち合わせることを強く推奨する。

3.4 本試験方法はパーティクルに適用されない。

3.5 本試験方法は、チャレンジガスに使用する不純物についての効率情報だけを提供する。

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 1: 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 — 被試験デバイス

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

5.1.7 LOD — 検出限界

¹ American National Standards Institute, New York Office: 11 West 42nd Street, New York, NY 10036, USA. Telephone: 212.642.4900; Fax: 212.398.0023 Website: www.ansi.org

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

- 5.1.8 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 — ユースポイント
- 5.1.12 ppb — 10 億分の 1, 体積ベース
- 5.1.13 ppm — 100 万分の 1, 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 — 標準リットル毎分
- 5.1.22 UHF — 超高純度

5.2 定義

5.2.1 起動(activation) — 精製器のろ材がガス不純物に対し化学的に活性化するための初期準備プロセス。

5.2.2 起動温度(activation temperature) — DUT が初期準備される温度。

5.2.3 大気圧イオン化質量分光計 (atmospheric pressure ionization mass spectrometer) (APIMS) — 大気圧イオン源を持つ計器で、これにより気相不純物はバルクガスと電荷交換反応を介してイオン化する。イオンは真空チェンバーで質量分析器により分離され、電子増幅管で検出される。

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、化学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ために使用される。

5.2.3.2 質量分析器(mass analyzer) — 電界及び／または磁界を使って、荷電粒子またはイオンを質量／電荷 (m/e) 数によって分離するデバイス。質量分析器の例として、4極子型、扇形磁場及び／または電場型、飛行時間型、及びイオントラップ型などがある。

5.2.3.3 電子増倍管(electron multiplier) — 正／負イオンなどの電磁現象を検出し増幅する機器。

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及び制御機器からなる自

己完結型機器。半導体産業では、レギュレータ上流を定圧に維持するため、一般的に使用されている。

5.2.5 破過(breakthrough) — 精製器を通ったガス中の単一の不純物レベルが、メーカーが規定したレベルを超過した時間点。一般的には、1~100 ppb の範囲である。

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混合ガス。チャレンジガスは、試験期間を短縮するために、500 ppm~1%の不純物を含むのが一般的である。しかし、不純物を 1~10 ppm の範囲とした方が、より正しく対応する。

5.2.7 効率(efficiency) — 精製器がマトリクスガス流から活性不純物を除去する能力の尺度である。これは、精製器に入る不純物濃度に対する、精製器から出る不純物濃度の比率として計算される。

5.2.8 ガス状不純物(gaseous impurities) — ガス流に含まれる、プロセスガスまたはベースガス以外の気相元素及び化合物。

5.2.9 不純物分析器(impurity analyzer) — ガス流中の対象不純物濃度を ppm から%レベルの濃度範囲で測定するために適切な分析器。

5.2.10 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。

5.2.11 検出限界 (limit of detection) (LOD) — 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, 計器の検出下限を参照) の標準偏差の 3 倍と定義される。

5.2.12 マスフローコントローラ (mass flow controller) (MFC) — 質量流量変換器、制御弁、制御回路、及び信号処理回路からなる自己完結型デバイス。半導体産業では、ガスの質量流量 (SEMI E29 に定義あり) 測定及び調節のため、一般的に使用されている。

5.2.13 高純度ガス(pure gas) — 純度が 99.9995%以上の不活性ガスで、DUT で除去するよう規定された各不純物が 1 ppb 未満のもの。

5.2.14 精製器(purifier) — 圧力容器内の、一般的には触媒 (反応性ゲッター)、樹脂または珪藻土によって、ガス流からパーティクル及び／または微量ガス不純物を除去する (SEMI F22 の定義)。

5.2.15 精製器容量(purifier capacity) — 精製メディアに吸収されるであろう各微量ガス不純物の総量。不純物(リットル)／精製メディア(リットル)として定義される。

5.2.16 再生(regeneration) — 精製メディアを再活性化するプロセス。

5.2.17 試験期間(test duration) — 試験手順を完了するのに要する全時間

5.2.18 試験流量(test flow rate) — DUTを通過する流量(slpm)。

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

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

5.2.21 超微量分析計測 (ultratrace analytical instrumentation) — 顧客の指定する ppb またはサブ ppb レベルで、対象となる全不純物を測定するのに十分な感度をもつ計器。

5.2.22 ゼロガス(zero gas) — 各対象不純物の推定レベルが、最低校正点より1桁以上小さい窒素、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、任意の不活性ガス精製器の不純物除去能力を定量できる。

7 安全注意事項

7.1 本試験方法は、危険な材料、操作及び装置を伴うことがある。本試験方法は、その適用に際しての安全面への配慮を取り扱うことを意図していない。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ベントすべきである。

7.3 精製器の試験には、適切なガスだけを使用すべきである。不適切な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。静電気が蓄積する状況を避けること。

7.5 精製器は一般的に 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、空気などの不適切なガスの精製に使用してはならない。特定のガスに適しているかは、メーカーに相談すること。

7.6 精製器の室内空気(濾過済み空気にも)への暴露が最低限になるよう注意すること。室内空気が精製器と化学反応して精製器の寿命を短縮する場合がある。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 メーカーの推奨取扱手順に従って、新品のろ材を起動するか、または既存の精製ろ材を再生させて、試験を行うべきである。

8.1.2 試験は 18°C (64°F) ~ 26°C (78°F) に維持した室温で行う。この範囲の周囲温度変動は、不純物レベル検出に使用する計器に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。

8.2 機器

8.2.1 材料

8.2.1.1 試験ガス — 高純度ガスとチャレンジガスを混合したもの。適切な濃度レベルを選択する。この混合には 1 ~ 10 ppm の不純物を含むべきである。

8.2.1.2 圧力調整器 — システムの圧力を制御するために、すべての適用可能な接ガス内面は、0.18 μm (7 μin) R_a 及び 0.25 μm (10 μin) $R_{a,\text{max}}$ の内部表面仕上げに電解研磨された 316L ステンレスで製作すべきである。

8.2.1.3 圧力計 — システムの圧力をモニターするために、すべての適用可能な接ガス内面は、0.18 μm (7 μin) R_a 及び 0.25 μm (10 μin) $R_{a,\text{max}}$ の内部表面仕上げに電解研磨された 316L ステンレスで製作すべきである。

8.2.1.4 標準試験流量 — 適切な質量流量デバイスを使用する。高純度ガスには、0 ~ 50 slpm の適切なレンジを持つ MFC を推奨する。チャレンジガスには、0 ~ 25 sccm 及び 0 ~ 1 slpm の適切なレンジを持つ各種 MFC を推奨する。

8.2.1.5 配管 — ガスを供給するために、0.18 μm (7 μin) R_a 及び 0.25 μm (10 μin) $R_{a,\text{max}}$ の内部表面仕上げに電解研磨された 316L ステンレスで製作する。

8.2.1.6 継手 — 適切なサイズのフェースシール継手を使用する。

8.2.1.7 ガasket — すべての接続部に金属ガスケットを使用する。新規接続には新品のガスケットを使用すべきである。ガスケットと継手を取り扱う場合には、防塵手袋をする必要がある。

8.2.2 計器

8.2.2.1 DUT から出る各ガス状不純物レベルを測定するには、APIMS などの超微量分析計器を使用する。

8.2.2.2 不純物分析器は、試験ガスに含まれるような高濃度の不純物を測定するために使用する。

8.2.2.3 電子制御マスフローコントローラは、不純物レベルを正確に混合するために使用する。