

SEMI F72-1102

不動態化処理した 316L ステンレス鋼部品の接ガス表面の酸化膜のオージェ電子分光法(AES)による評価試験方法

免責事項:この SEMI スタンドラードは、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。

本ガイドラインは、Global Gases Committee で技術的に承認されたもので、North American Gases Committee が直接責任を負うものである。現版は、2002 年 7 月 21 日に North American Regional Standards Committee にて承認されている。2002 年 10 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2002 年 11 月発行に至る。

1 目的

1.1 本書の目的は、高純度のガス配管システムに取り付けられる不動態化処理した 316L ステンレス鋼部品の表面成分を特定する試験方法を定義することである。本試験方法は、ステンレス鋼製の配管、継ぎ手、バルブ、その他の部品の接ガス表面に適用し、不動態化処理の有効性を測定することを目的とする。

1.2 本方法の目的は、クロム富化した不動態酸化層内で再現性のよい測定値を得るため、装置の一般的なパラメータおよび測定条件を記述することである。

2 範囲

2.1 本書では、ステンレス鋼表面のクロム富化した不動態酸化層の成分と厚さを特定し、配管、継ぎ手、バルブ、その他の部品の表面汚染を検出するための試験方法について記述する。この手順には、オージェ電子分光法(AES)による表面元素成分の検出と測定が関わる。この手順では、受け入れたままの表面から酸化膜層を貫通しベース金属にまで至る、クロム、鉄、ニッケル、酸素、炭素の深さ方向の成分プロファイルを求める方法についても記述する。本測定方法により、酸化層の厚さおよび不動態化処理された領域全体のクロム富化に関する情報が得られる。

2.2 本スタンダードは、これを使用しても、安全問題に対応できると意図していない。使用前に適切な安全・健康作業方法を確認し、また適用可否や法規上の限界を定めておくのは、このスタンダードの使用者の責任である。

3 適用限界

3.1 この試験方法は、AES 分析装置および手法に精通した AES 分析技術者のための方法である。AES 分析装置は較正をおこない、装置製造者の仕様に適切に対応していなければならない。この方法は、

特定のブランドや型式の表面分析装置を使用することを排除する意図はない。この試験方法のほとんどは、特定の分析装置を使用して開発されたが、ほとんどのオージェ表面分析装置に適用できる。

3.2 元素成分の定量化は、ハンドブックに記載の相対元素感度係数によって実行される。これらの感度係数は、元素の化学的結合状態に起因する相違を考慮していないので、結合状態が不動態化した酸化層から合金へと変化する場合には正確ではない。さらに、定量化は分析装置およびその装置パラメータによって影響を受ける。これらの理由により、この試験方法による結果は、分析装置や操作者が異なると、再現性が得られない可能性がある。この方法による結果を使用することは、測定プロセス開発および同じ出所から出てきた AES の履歴データベースとの比較に限定しなければならない。

3.3 本手法では分析部分の深さおよび表面の汚染が、この試験方法の結果に影響する。これらについては、添付した付属書で説明する。表面粗さ、表面が平面でないこと、さまざまな化学種に対して異なるスパッタ速度もこの試験方法における測定の不確実性の原因となる。

3.4 このテスト方法による結果は、半導体製造用高純度ガス配管システムにおけるステンレス鋼部品の性能に影響するかどうかは実証されていない。

4 参照文書

4.1 SEMI スタンドラード

SEMI F19 — Specification for the Finish of the Wetted Surfaces of Electropolished 316L Stainless Steel Components

4.2 ASTM¹ スタンダード

ASTM E 673 — Standard Terminology Relating to Surface Analysis

ASTM E 1078 — Standard Guide for Specimen Handling in Auger Electron Spectroscopy and X-ray Photoelectron Spectroscopy

ASTM E 1127 — Standard Guide for Depth Profiling in Auger Electron Spectroscopy

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 特に指定がない限り、用語は ASTM E 673 に従う。

5.2 略語と頭字語

5.2.1 AES — オージェ電子分光法

5.3 定義

5.3.1 不働態化処理(*passivation*) — 耐食的表面薄膜をさらに強化する目的で、ステンレス鋼の表面を弱酸化剤で化学的処理をすること。

5.3.2 検出体積(*sampling volume*) — オージェ電子が検出される領域の体積。電子ビームスポットのサイズまたは走査面積及び電子分析装置の受け入れ角度によって横方向の寸法が決まる。オージェ電子の平均自由行程の 3 倍の距離が、最大深さ感度と見なされる。検出体積は、試験片の材質と TOA に依存する。

5.3.3 テイクオフ角(*TOA*) — 収集レンズが試験片面となす角度。

6 方法のまとめ

6.1 データ取得

6.1.1 「受け入れたまま」の接ガス面の元素を初期探査分析し、元素成分値を計算する。

6.1.2 イオンエッチングによって深さ方向の成分プロファイルを測定し、C, O, Cr, Fe, Ni の相対存在比を決定する。必要に応じて追加の元素を含めてもよい(モリブデン、シリコン、窒素など)。深さ方向のプロファイルから、不働態酸化層と炭素層の厚さも決定される。

6.2 レポート — 次の項目からなるデータを提供すること。

6.2.1 約 0~2000 eV の範囲の初期探査スペクトル。

6.2.2 スパッタリング時間の関数として、C, O, Cr, Fe, Ni を含む深さ方向の成分プロファイルのプロット。

6.2.3 初期探査スペクトルから計算した「受け入れまま表面」の元素成分表。

6.2.4 深さ方向のプロファイルから計算した酸化層厚さ、炭素の厚さ、鉄に対するクロムの比の最大値。

7 起こりうる干渉

7.1 Cr と O — 干渉を小さくするために酸素とクロムのウィンドウ(測定スペクトル幅)を慎重に選択すること。プロファイルが完了した後に個々のウィンドウを監視して影響を評価する。分析装置によっては、オーバーラップを補償するための強力な機能がある。

8 機器

8.1 分析装置 — イオンガンを装備した任意の AES 分析装置を用いる。装置は、エッチングと測定を同時におこなうものでも、交互におこなうものでもよい。分析とエッチングを交互におこなう装置は、各エッチングの間にサンプル表面に重大な酸素レベルの再付着がないものと確認できる装置であること。電子アナライザは、半球状または円筒状ミラーアナライザ(CMA)のどちらのタイプでもよい。電子エネルギーアナライザは、クロムの KLL と酸素の KLL オージェピークを十分に分離できるに十分な高いエネルギー分解能を有するものであること。

8.2 幾何学的構成が著しく異なる分析装置間では、異なる検出体積の分析値を得る可能性がある。入射電子ビームのエネルギー、試験片面に対する入射電子ビームの角度、テイクオフ角を記録しなければならない。

9 補助具と器具

9.1 分析装置の較正材料 — 標準材料については、装置製造者の勧告書または ASTM E 1127 を参照のこと。

10 安全対策

10.1 この試験方法は、高電圧、真空、電子と X 線発生機器の使用に関連した安全に関する考慮事項には対処するものではない。本法は、十分な技能レベルを有し、装置および関連安全対策に関する知識を有する AES 分析技術者を前提としている。

¹ American Society for Testing and Materials, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, Pennsylvania 19428-2959, USA. Telephone: 610.832.9585, Fax: 610.832.9555 Website: www.astm.org

11 試験片

11.1 試験片は、清浄で乾燥した弓鋸または乾燥した低速の帯鋸を使用して、特定の AES 分析装置に適した寸法に切断すること。試験片の準備中に、測定する表面が汚染しないようにすること。清浄で汚染のない手袋とピンセットを使用して試験片を取り扱い、対象領域に触れないようにすること。さらに、表面温度が 50℃ を超えないようにするなど、準備中に試験片が過剰に加熱されないようにし、酸化物が成長したり、表面の成分が変化しないようにすること。

11.2 試験片の準備は、部品製造者が実行するのが望ましい。試験片を切断後に、製造者の標準最終洗浄および梱包手順に従って洗浄・梱包すること。

11.3 試験片の準備を製造者以外で実行する場合、試験片を DI 水で洗浄し、直ちに乾燥すること。試験片を直ちに分析するのでなければ、清浄な金属箔で包むか、またはクリーンルーム級のナイロン袋中に封止して梱包しなければならない。

11.4 試験片の準備を製造者以外で実行する場合、このことを報告書に記載し、分析結果は製造者の洗浄および梱包手順の特質を示すものと解釈されないようにしなければならない。このことの注記を、表面成分の報告結果の全ての表に記載すること。

11.5 試験片を準備後、分析者での輸送および待ち時間の許容範囲内で直ちに分析しなければならない。

12 装置の準備

12.1 分析装置は、装置製造者の勧告書に従い、定期的に試験し、正しい性能を確保しておくこと。分析装置の真空度は、分析中で圧力 1.0×10^{-7} Torr より良くななければならない。

13 較正と標準化

13.1 エッチング速度と感度係数に対する分析装置の較正を、装置製造者の勧告書およびその他の確立された方法に従って実行すること。

14 手順

14.1 試験片は、装置製造者の勧告書と超高真空表面分析手順と整合した方法に従って取り付けること。これらの方法のいくつかは、ASTM E 1078 に詳述されている。分析する領域は、試験片ホルダー面と平行に取り付け、TOA が分かるようにしなければならない。

14.2 試験片を AES 導入チャンバ内に置き、真空引きをおこなう。装置製造者の推奨ベース圧力で分析チャンバに移動させる。

14.3 分析希望箇所から最適なカウント数が得られるように、試験片を電子ビームとアナライザに対して位置決めする。分析する領域には、試験片準備時の異物片、目に見える粒子、大きな欠陥形状が、可能な限り、あってはならない。

14.4 表面を代表する測定値が得られるようにするには、ビームサイズや走査面積を大きくしなければならない。試験片表面から元素探査データ(約 0~2000 eV)を測定し、存在する元素とそれらの概略の表面存在比を決定すること。原子百分率 1%もしくはそれより大きなレベルで存在する元素を検出するには、通常は、S/N 比の値が 2 であれば十分である。代表的な探査スペクトルを図 1 に示す。

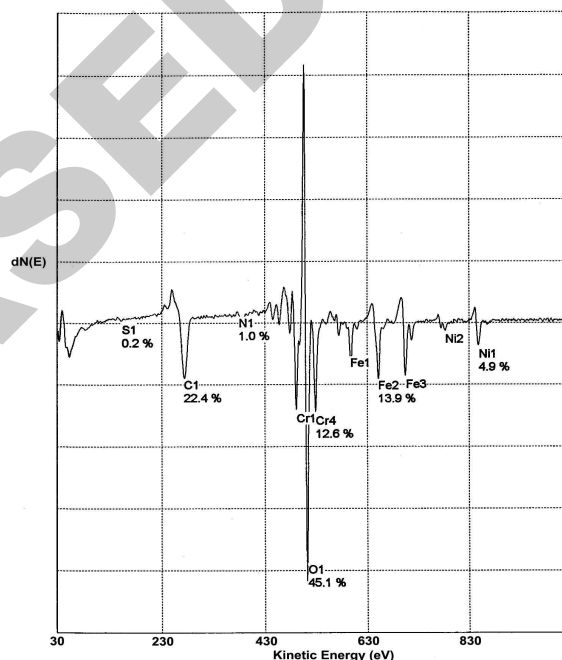


図 1
ステンレス鋼表面のオージェスペクトル

14.5 深さ方向の成分プロファイルを測定し、Cr, Fe, Ni, O, C の相対存在比を決定する。プロファイルは、エッチング/データ取得同時モードあるいはエッチング/データ取得交互モードで取得してもよい。各元素の測定は、最初の 50 Å 内では 5 Å 毎に少なくとも 1 つのデータ点、50 Å からプロファイルの終点までは 10 Å 毎に少なくとも 1 つのデータ点の頻度でおこなうこと。適切な走査取得時間は、スペクトル分解能と S/N 比を最適化できる時間で、かつ各スペクトルウィンドで少な