SEMI F73-0309
TEST METHOD FOR SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM) EVALUATION OF WETTED SURFACE CONDITION OF STAINLESS STEEL COMPONENTS

ステンレス鋼部品の接ガス表面状態の走査型電子顕微鏡（SEM）による評価テスト方法

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，global Gases Committee で技術的に承認されている。現版は 2009 年 1 月 2 日，global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2009 年 2 月に www.semi.org で，そして 2009 年 3 月に CD-ROM で入手可能となる。初版は 2002 年 11 月に発行された。

1 目的

1.1 本書では，高純度のガス配管システムに取り付けられるステンレス鋼部品の接ガス表面をテストする標準的手順を定義する。この手順は，接ガス表面に現れる微視的な表面欠陥および汚染物の発生や頻度，場合によってはそれらの同定方法を定める。このテスト方法での結果とプロセスガス汚染，あるいは高純度ガス配管システムによるプロセス中での製品歩留との間には，直接的な相関関係は無いことに注意しなければならない。本テスト方法を適用するにあたっては，構成部品の品質認定を目的として，本方法を用いる使用者の間で比較可能かつ再現性のある結果を得ることを目的としている。

1.2 本方法の目的は，表面状態に関する重要なパラメータを正確で再現性のよい測定値を得るため，分析装置の各種パラメータと諸条件を全体的に記述することである。

2 範囲

2.1 本手順は，ステンレス鋼製の配管，継ぎ手，バルブ，その他の構成部品の接ガス表面に適用し，表面仕上げと洗浄方法の有効性を決定する。この手法では，接ガス表面上の表面欠陥（ピット，介在物，列状介在物，スクラッチ傷，残留プロセスマーク，粒界，汚染物など）の個数を記述する。しかし，試験材準備中に発生した表面損傷は評価の対象から除外する。

注意： このスタンダードはその使用に関連したすべての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，適切な安全および健康上実施すべき事柄を確立し，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 本テスト方法は，高純度ガス配管システムにとって有害となり得る，約 0.1 ミクロン以上の寸法範囲の微視的表面欠陥の発生頻度（表面密度）とそれらの同定を行うことを主な目的とする。そのような欠陥は，目視や拡大倍率光学検査では同定できない可能性があるが，微視的表面欠陥が集中すると，“かすみ”のような視覚的に明白な欠陥となる。

3.2 このテスト方法では，テストを目的として試験材を切断する必要があるので，破壊検査である。

3.3 この方法を，プロセスロットを代表する例に適用して，採用したプロセスおよび／または製造ロットの品質を決定しなければならない。本方法によって調べられ測定される面積は非常に小さいので，結果はすべての領域やすべての製造ロットを代表しないことがある。

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

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: SEMI F73-0309 (Japanese)

3.4 本テスト方法は，代表する領域の選択やカウント可能な欠陥の定義において，操作者のバイアスがかかる可能性がある。

3.5 カウント可能な欠陥の検出は，操作者が選択する SEM の操作条件と画像の記録方法により影響される。本テスト方法での手順の説明に従い，このような限界を極小にするため，操作者は SEM の操作に十分熟練していることを前提とする。

3.6 SEM 画像によって，表面仕上げ傷が判明するが，電解研磨やその他の表面平滑仕上法によって十分に丸くなった形態を表示できない可能性がある。

3.7 本テスト法にて，エネルギー分散型 X 線分光法（EDS）を使用して，厚さが少なくとも約 1 ミクロンの表面汚染物や寸法が少なくとも 1 ミクロンの介在物を分析することもできる。EDS は，表面から 1 ミクロンの深さまで分析し，不働態酸化物層の厚さは 0.001～0.01 ミクロンしかないので，EDS は，ステンレス鋼表面の不働態酸化物層の分析に適切な手法ではない。

4 参照スタンダードおよび文書

4.1 *ASTMスタンダード*[1]

ASTM E7 — Standard Terminology Relating to Metallography

ASTM E766 — Standard Practice for Calibrating the Magnification of a Scanning Electron Microscope

4.2 *ANSI /IEEEスタンダード*[2]

ANSI 759 — Standard Test Procedures for Semiconductor X-ray Energy Spectrometers

注意： 別途指示のない場合，引用されたすべての文書は最新版である。

5 用語

5.1 *略語および頭字語*

5.1.1 *EDS（Energy Dispersive X-ray Spectroscopy）* — エネルギー分散型 X 線分光法しばしば，EDX と呼ばれることもある。

5.1.2 *FWHM（Full Width at Half Maximum）* — 半値幅の略語。EDS ピークの最大高さの半分のところで測定する幅。

5.1.3 *SEM（Scanning Electron Microscopy）* — 走査型電子顕微鏡。

5.2 *定義*

5.2.1 *欠陥（defect）* — 材料の特性あるいは材料の処理や製品の組み立てに起因する表面形状であって，微粒子を発生したり，トラップ，放出する可能性がある。あるいはそうでなければ中を流れている流体にとって有害なもの。本書および記載した参考資料から得られるの目的に関係する定義によって，欠陥と見なし得る特定の形態には，次のものが含まれる。

5.2.1.1 *汚染物（contamination）* — 表面に付着した 3 次元形状の異物。［SEMI の用語集］

5.2.1.2 *粒界（grain boundary）* — 2 つの結晶粒を分離する界面。そこで結晶格子の向きが 1 つの結晶粒から他の結晶粒へと変化する。［ASTM E7］

5.2.1.3 *介在物（inclusion）* — 金属内に閉じ込められた生来のあるいは外部からの固形物質。通常は，酸化物，アルミナ，硫化物，珪酸塩等の非金属化合物の粒子のことを指す。

5.2.1.4 *ピット（pit）* — はっきりと輪郭をもつエッジを有する表面の窪みやクレータであって，衝撃が原因ではないもの。

5.2.1.5 *プロセスマーク（process marks）* — 採用した表面仕上げ方法に特有な表面の模様やパターン。

1 American Society for Testing and Materials, 100 Barr Harbor Drive, West C onshohocken, Pennsylvania 19428-2959, USA.
Telephone: 610.832.9585; Fax: 610.832.9555; http://www.astm.org

2 American National Standards Institute, Headquarters: 1819 L Street, NW, Washington, DC 20036, USA. Telephone: 202.293.8020; Fax: 202.293.9287. New York Office: 11 West 42nd Street, New York, NY 10036, USA. Telephone: 212.642.4900; Fax: 212.398.0023; http://www.ansi.org

Documents Document Sharing Hub
Full document details: SEMI F73-0309 (Japanese)

5.2.1.6 *スクラッチ（scratch）* — 機械的手段によって生じる表面上の長いマークや溝状の切り傷。表面の優先模様とは関連がない。（SEMI の用語集から適応）

5.2.1.7 *条痕（stringer）* — 合金成分や非金属の異物の微視的配列または加工方向に並んだそれらの痕跡。［ASTM E7 から適応］

5.2.2 *接ガス表面（wetted surface）* — 中を流れる流体と接触する構成部品の表面。（SEMI の用語集から適応）

5.2.3 *動作距離（working distance）* — 検査する試験材表面と対物レンズの前部表面の間の距離。［ASTM E7］

6 方法の要約

6.1 サンプルの濡れ表面の代表領域の SEM 写真を 200x の倍率で撮る。1000x に倍率を上げてこの領域内の SEM 写真をもう 1 枚撮る。3000～3600×で設定済みの倍率でもう 1 枚撮る。さらに別の 2 つの代表領域で 3000–3600×の倍率の顕微鏡写真を撮るが，必ずしも 200x の倍率の領域内である必要はない。

6.2 3000–3600×の倍率のどれかの顕微鏡写真で介在物や汚染物が見つかれば，代表例の EDS スペクトルを取得してもよい。

6.3 3 枚の倍率 3000–3600 の顕微鏡写真について，グリッドオーバーレイ法にて欠陥の個数を測定する。結果は表形式でレポートする。それには，顕微鏡写真と検出した元素の同定結果を EDS スペクトルを提出すること。

7 分析上の干渉

7.1 EDS スペクトルのピークがオーバーラップして干渉が起こる可能性がある。起こる可能性がある特定のオーバーラップには，次のものが含まれるが，それら以外にもある。

7.1.1 *モリブデンと硫黄* — EDS スペクトルでのモリブデンの L ピークと硫黄の K ピークのオーバーラップのため決定を明瞭にできない。

7.1.2 *マンガンとクロム／鉄* — EDS スペクトルでのマンガンの Kαピークとクロムの Kβピークおよびマンガンの Kβピークと鉄の Kαピークとのオーバーラップにより，鉄／クロムマトリックス中の低レベルのマンガンの決定に干渉する。

8 装置

8.1 *分析装置* — 本方法に使用されるSEM分析装置の二点間の分解能は，NIST[3]発行のトレース可能なスタンダードで測定して少なくとも 30 nmでなければならない。少なくとも 100 cm^2 の画像記録機能があり，EDSアナライザの能力がMn KαのFWHM分解能が 170 eVか，それより小さい商用SEMを使用することできる。

8.2 SEM には，電子ビームの向きが表面に対してほぼ垂直となる複数の視野を提供し，二次電子と X 線信号の収集効率を最適化できるように，試験材をアライメントできるサンプルステージが付いていなければならない。

8.3 *グリッドオーバーレイ* — 1.814 μm に 3000～3600 倍の間で設定した倍率を乗算した値に等しい大きさの透明グリッドオーバーレイ（3500 倍の倍率では，グリッド大きさは 6.35 平方 mm [= ¼ 平方 inch]）。グリッド線は可能な限り細かくなければならないが，明瞭に見えること。グリッドオーバーレイは，252 個のグリッド（標準のポラロイド顕微鏡写真の 3.5×4.5 インチ画像に対して 18×14 グリッド）で顕微鏡写真に重ねるようにできなければならない。その際，顕微鏡写真には，英数字の情報を入れこまなければならないが，顕微鏡写真内の特徴に関して干渉しないようにしなければならない。グリッドオーバーレイの行と列には，英数字のインデックスをつけて顕微鏡写真中の特徴物を特定したり，位置決めすること（付属書 1 と 2 の例を参照）。顕微鏡写真のエッジにはいつも同じ参照点を定め，すべてのオーバーレイに整合して使用できるようにすることが推奨される。

9 試薬および材料

9.1 *テスト試料準備器具* — 分析する表面を損傷，汚染せずにテスト試料を切断するために必要な装置。清浄で乾燥した弓鋸または乾燥した帯鋸を使用し，低速で切断してサンプルが過剰に加熱しないようにすることが推奨される。

9.2 *サンプル取り付け補助具* — 使用する SEM 装置に固有のテスト試料取り付けホルダー。テスト試料をホルダーに接着する導電性ペーストまたはテープは，真空下で安定で，分析対象領域が汚染してはならない。

3 National Institute of Standards and Technology, 100 Bureau Drive, Stop 3460,Gaithersburg, MD 20899, (301) 975-NIST (6478) TTY (301) 975-8295, ホームページ: www.nist.gov.

F73-0309
Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI F73-0309 (Japanese)

10 安全注意事項

10.1　本テスト方法では，高電圧，真空，電子および X 線を発生する装置の使用に関する安全配慮事項に注意を払っていない。

10.2　この方法では，SEM および EDS 分析を行なう者が計測方法および関連安全注意事項の知識と技能レベルを十分もっているものと想定する。

11 テスト試料

11.1　試料は，特定 SEM 装置用に，適当な寸法に切断されている必要がある。どのような試料作成方法であっても，測定表面に汚染をもたらすことを防止しなければならない。さらに，試料を過度に加熱することを避けなければならない。すなわち，酸化物の成長および表面組成の変化を避けるため，表面温度は 100°C を超えてはならない。低速，乾燥切断が推奨される。

11.2　準備後に，テスト試料は，汚染防止用バッグでシールするか清浄アルミ箔で包み込むなどの方法で汚染しないように保護すること。テスト試料準備時に付いた残留物を取り除くため，分析表面の適切な洗浄は許容されるが，必須ではない。どのような洗浄作業であっても，報告書に記載しなければならない。切断後，テスト試料は直ちに分析しなければならない。

11.3　サンプルは，コーティングされていない状態で分析すること。つまり，導電性のコーティングによるスパッタリングがないこと。

12 装置の準備

12.1　SEM は，製造元の仕様に従って，正しい性能を確保できるために良好な状態であること。

13 較正と標準化

13.1　装置の倍率較正と EDS の性能は，ASTM E 766 と ANSI-IEEE 759 および／または装置の製造元の推奨事項に従って実行すること。倍率は，選択した動作距離で較正しなければならない。較正頻度は，装置の製造元の推奨事項によること。

14 手順

14.1　試料をメーカーの推奨に従って，高真空表面分析手順に基づいた方法で取り付ける。テスト試料は，SEM 画像を撮る対象領域が電子ビームの入射角度に対して 70～90° で観察できるように向きを変えることができなければならない。これにより二次電子収集効率が最適になる。さらに，X 線収集効率が最適になるように向きを再度変更できなくてはならない。テスト試料の取り付けに使用する接着剤によって分析面が汚染されてはならない。緩く付着した表面粒子を取り除くためには，テスト試料を SEM に入れた直後に，0.1 μm のフィルタを通した清浄で乾燥したガスをテスト試料を吹き付けてもよい。

14.2　試料を SEM 導入チャンバ内に置き，ポンプで吸引する。真空条件が製造元の推奨事項を満たすと電子ビームを起動する。装置の加速電圧は，常に 15～25KeV の範囲で選択しなければならない。20KeV が推奨される。動作距離は，製造元の推奨範囲内でなければならない。テスト試料の位置（傾斜角と向き）を調整して，EDS 分析の EDS 検出収集効率を最適化できる。

14.3　初期焦点合わせのために倍率を 400 倍以上に上げ，装置パラメータを調整し，非点収差やその他の異常をチェックする。倍率を 200 倍に下げて，テスト試料を覗きながら動かし，全体の代表的領域と判断される領域を見出す。分析する領域は，テスト試料準備によって生成した粒子や欠陥ができるかぎり存在しない領域でなければならない。

14.4　200 倍，1000 倍，および 3000～3600 倍の倍率範囲のどれかの設定倍率で，この領域に焦点を合わせ，撮影する。同じ 3000～3600 倍の倍率で別の代表的領域に移動し，撮影する。3000～3600 倍の倍率で第 3 の代表的領域に移動し，撮影する。

14.5　焦点合わせ，コントラスト調整，分解能機能が正しくなされているかを実証するためには，撮影に選択した各領域には，欠陥あるいは金属学的な物体が含まれていなければならない。コントラストの調整は，*Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis* の¶4.7.2.1 で説明されている手法に従って実行しなければならない。コントラストに起因する信号の変化ΔS が，ノイズ N を最低 5 を超える欠陥および／または物体は，記録された画像中で明確に区別できなければならない（参照資料 5 の¶4.5 を参照）。

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI F73-0309 (Japanese)

14.6　3000–3600 倍の倍率の画像中で介在物や汚染物がある場合には，テストを依頼している企業の要求があれば，代表的欠陥の EDS 分析を実施してもよい。その際には十分な時間をかけて X 線信号を収集して，0～10 keV の範囲内で≥ 250,000 の累積カウントを得ること。

15 計算と結果の解釈

15.1　3000–3600 倍の記録画像の上に透明オーバーレイグリッド上に重ねること。各顕微鏡写真について，表面欠陥の一部または全体を含むグリッド四角形の数を数え，総和をとること。そのようなグリッド四角形は 1 回だけしか数えること。つまり，個々の欠陥を数えることは本テスト方法の意図するところではない。1 つの欠陥が複数の隣接したグリッド四角形にまたがる場合，占有されている各グリッド四角形の数を数えること。

注 1: 英数字のインデックスが付いたグリッド重ね，特定のタイプの欠陥を表示した走査型電子顕微鏡写真の例は，次の URL のサイトで確認できる。その例にはその位置と数えるべきかどうかについてのコメントも付けている。http://teams.semi.org/stds_gases

15.2　不適切な洗浄（テスト試料準備ではなく）のために生ずる表面膜状残留物は，一般にはぼんやりとしていて，定量化することは困難である。これらの残留物がある場合は，画像毎に 1 つとして数え，報告書に記載する。表面に緩く付着している粒子は，テスト試料準備または暴露によって生じたものと推定されるため，無視すること。

15.3　EDS スペクトルに現れるピークを同定すること。また，そのスペクトルが代表的領域であるのかどうかを示すために表示をするか，1 枚の顕微鏡写真に発生した 1 個の欠陥によるものであるかを同定すること。

16 結果のレポート

16.1　3000～3600 倍率の顕微鏡写真毎に数えられた欠陥を表形式で提出すること。さらに，表には，3000～3600 倍率の 3 枚の画像の欠陥数の平均値と最大値を示さなければならない。欠陥数の結果を報告する表と欠陥数を測定した顕微鏡写真の例を付属書 1 に示す。

16.2　すべての顕微鏡写真には，テスト試料の識別証，倍率，縮尺スケール，日付，分析技術者の識別証を恒久的に記載すること。顕微鏡写真は，要求があれば監査用に手配できるようにしなければならない。

16.3　EDS スペクトルには顕微鏡写真と同じ情報およびピークの同定結果を記載しなければならない。装置のパラメータ（傾斜角など）を EDS 分析用に変更した場合は，注記すること。ピークの高さの差が，同じスケールのプロットで表した時，すべてのピークを十分に代表しているとは言えないほどの差がある場合，異なるスケールで表した 2 つのプロットを含めること。解析した各欠陥は，顕微鏡写真上で矢印またはグリッド位置を記載することによって特定されるべきこと。

17 関連文書

17.1　*ASTM スタンダード*[1]

ASTM F1372-93 — Standard Test Method for Scanning Electron Microscope (SEM) Analysis of Metallic Surface Condition for Gas Distribution System Components

ASTM F1375-92 — Standard Test Method for Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDX) Analysis of Metallic Surface Condition for Gas Distribution System Components

注意：別途指示のない場合，引用されたすべての文書は最新版である。

F73-0309
Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI F73-0309 (Japanese)