

Technischer Bericht zu Ultrahochreinen-Fluorpolymer-Membranventilen der Serie DRP™

Umfang

Dieser Bericht beschreibt die Prüfungen, die von unabhängigen Dritten und von Swagelok an Ventilen der Serie DRP durchgeführt wurden. Das Ventil DRP wurde hauptsächlich für den Einsatz in kritischen Fluid-Anwendungen in der Halbleiterindustrie entwickelt, wo Reinheit und Zuverlässigkeit im Vordergrund stehen. Die aufgeführten Daten und Prüfprotokolle wurden gemäß SEMI-Norm F57-0301 erstellt.

Dieser Bericht behandelt:

- Partikelverteilung
- Oberflächenrauheit
- Ionische Verunreinigung
- Metallische Verunreinigung
- Verunreinigung durch organische Gesamtkohlenwasserstoffe
- Zuverlässigkeitsprüfung mit deionisiertem Wasser, HCl und Slurry

Partikelverteilung

Es wurden On-Line-Partikelmessungen bei 0, 10.000 und 20.000 Zyklen durchgeführt. Die Basismessung entspricht der Hintergrundbedingung des Wassers, das ohne eingebautes Ventil durch das Prüfsystem strömt. Die Nullzyklusmessung fand gemäß SEMI-Norm F40 vor Beginn der Ventilbetätigung statt. Die Anzahl der gemessenen Partikel während des Prüfungsvorganges war sehr niedrig. Die Prüfprotokolle entsprechen SEMASPEC 92010949B und JIS K0554.

Die Ergebnisse übersteigen die Erwartungen der Industrie von weniger als 100 Partikeln pro Zyklus innerhalb von 500 Zyklen (Partikel mit einer Größe von 0,1 µm und darunter).

Tabelle 1 — Partikelverteilung (kleine Ventile)

	Partikelzählungsdaten (Partikel/mL)		
	0,10 µm	0,5 µm	1,0 µm
Basis	1	< 1	< 1
bei 60 min. Spülzeit	1	0	0
Nullzyklus	1	1	< 1
10.000 Zyklen	< 1	< 1	< 1
20.000 Zyklen	< 1	< 1	< 1

Tabelle 2 — Partikelverteilung (mittelgroße Ventile)

	Partikelzählungsdaten (Partikel/mL)		
	0,10 µm	0,5 µm	1,0 µm
Basis	1	< 1	< 1
bei 60 min. Spülzeit	3	0	0
Nullzyklus	< 1	< 1	< 1
10.000 Zyklen	< 1	< 1	< 1
20.000 Zyklen	< 1	< 1	< 1

Tabelle 3 — Partikelverteilung (große Ventile)

	Partikelzählungsdaten (Partikel/mL)		
	0,10 µm	0,15 µm	0,2 µm
Basis	2	2	1
bei 60 min. Spülzeit	14	5	4
Nullzyklus	1	1	2
10.000 Zyklen	1	1	0
20.000 Zyklen	1	0	1

Oberflächenrauheit

Eine gleich bleibende Oberflächenbeschaffenheit wird durch statistische Prozesssteuerung (SPC) sichergestellt. Die Prüfprotokolle entsprechen SEMASPEC 92010950B. Die Beschaffenheit medienberührter Oberflächen entsprach der SEMI-Norm F57-0301, die $R_a = 25 \mu\text{m}$ für bearbeitete medienberührte Oberflächen fordert.

Oberflächenverunreinigung durch Ionen

Die für diese Analyse verwendeten Proben wurden entsprechend SEMI-Norm F40 aufbereitet und gemäß ASTM D4779 geprüft. Alle Anionen waren unterhalb der Nachweisgrenze.

Tabelle 4 — Oberflächenverunreinigung durch Ionen

Anion	Nachweisgrenze	SEMI-Norm F57-0301
	($\mu\text{g}/\text{m}^2$)	($\mu\text{g}/\text{m}^2$)
Bromid	0,06	≤ 100
Chlorid	0,06	≤ 3000
Fluorid	0,3	$\leq 60\,000$
Nitrat	0,06	≤ 100
Nitrit	0,06	≤ 100
Phosphat	0,06	≤ 300
Sulfat	0,06	≤ 300

Oberflächenverunreinigung durch metallische Elemente

Die für diese Analyse verwendeten Proben wurden entsprechend SEMI-Norm F40 aufbereitet und gemäß SEMASPEC 92010936B geprüft. Es werden hier auch die Ergebnisse der aggressiveren dynamischen Metallextraktionsprüfung (DyconE^{x SM}) mit 37 % HCl dargestellt. Alle Elemente waren unterhalb der Nachweisgrenze.

Tabelle 5 — Spurenmetalle mit Reinstwasser

Element	Nachweisgrenze	SEMI STD F57-0301
	($\mu\text{g}/\text{m}^2$)	($\mu\text{g}/\text{m}^2$)
Aluminium	0,009	≤ 10
Barium	0,003	≤ 15
Boron	0,15	≤ 10
Calcium	0,6	≤ 30
Chrom	0,012	≤ 1
Kupfer	0,009	≤ 15
Eisen	0,06	≤ 5
Blei	0,009	≤ 1
Lithium	0,006	≤ 2
Magnesium	0,006	≤ 5
Mangan	0,006	≤ 5
Nickel	0,012	≤ 1
Kalium	0,3	≤ 15
Natrium	0,021	≤ 15
Strontium	0,003	$\leq 0,5$
Zink	0,015	≤ 10

Die Hauptelemente für Oberflächenverunreinigungen sind unten aufgeführt. Die restliche Oberflächenverunreinigung ist auf Spuren Mengen anderer Elemente zurückzuführen. Die auf die normale Fläche reduzierte Oberflächenverunreinigung von 37 abgeschiedenen Elementen war $9,36 \text{ ng}/\text{cm}^2$, was unter der Industrieerwartung von $<20 \text{ ng}/\text{cm}^2$ liegt. Eisen, Aluminium, Natrium, Calcium und Kalium stellten mehr als 80% der gemessenen Oberflächenverunreinigungen dar. Die reduzierte Oberflächenverunreinigung war $0,6 \text{ ng}/\text{cm}^2/\text{Tag}$ bei 7 Tagen, was unter der Industrieerwartung von $<0,5 \text{ ng}/\text{cm}^2/\text{Tag}$ bei 7 Tagen liegt.

Tabelle 6 — Spurenmetalle mit 37 % HCl

Element	Extrahierte normalisierte (ng/cm^2)
Aluminium	1,85
Calcium	1,15
Eisen	2,12
Kalium	0,80
Natrium	1,66
Zirkon	0,80
Versch.	0,98
Gesamt	9,36

Oberflächenverunreinigung durch organischen Gesamtkohlenwasserstoff

Die TOC-Messungen waren im Wesentlichen über den Verlauf der Prüfung stabil. Die für diese Analyse verwendeten Proben wurden entsprechend SEMI-Norm F40 und gemäß ASTM D4779 geprüft.

Tabelle 7 — Oberflächenverunreinigung durch Gesamtkohlenwasserstoff (TOC)

TOC-Verunreinigung		
	UHP DRP	SEMI STD F57-0301
Einheiten	($\mu\text{g}/\text{m}^2$)	($\mu\text{g}/\text{m}^2$)
Basis	< 30	$\leq 60\,000$
Nullzyklus	< 30	$\leq 60\,000$
10 000 Zyklen	< 30	$\leq 60\,000$
20 000 Zyklen	< 30	$\leq 60\,000$

Zuverlässigkeitsprüfungen

Die Zuverlässigkeitsprüfungen wurden entsprechend der Norm SEMASPEC 92010945B mit deionisiertem Wasser, 37 % HCl und Cabot SS-25-Slurry mit jeweils 174, 15 und 15 Ventilen durchgeführt.

Die DRP Ventile wurden in eine Teststrecke eingebaut, durch die gleichmäßig Prüfmedium bei $2,75 \pm 0,35 \text{ bar}$ ($40 \pm 5 \text{ psig}$) strömt. Unter Testbedingungen wurden die Ventile all 3 Sekunden geöffnet und geschlossen.

Alle DRP Ventile wurden auf Dichtheit nach Außen und den Sitz bei 200.000, bzw. 1.000.000 Schaltzyklen geprüft. Die Dichtheitsprüfung wurde mit dem Auslegungsdruck des Ventils durchgeführt.

Für die Zuverlässigkeitsprüfung der DRP Ventile wurden 1.000.000 Schaltzyklen mit deionisiertem Wasser, 37 % HCL und Cabot SS-25-Slurry durchgeführt. Es wurden keine Undichtheiten festgestellt.

Literatur

ASTM

ASTM D4779 Total, Organic, and Inorganic Carbon in High Purity Water by Ultraviolet (UV) or Persulfate Oxidation, or Both, and Infrared Detection. (Ermittlung des gesamten organischen und anorganischen Kohlenstoffs in hochreinem Wasser mit UV oder Persulfatoxidation oder beidem und Infrarot).

JIS

JIS K0554 Testing Methods for Concentration of Fine Particles in Highly Purified Water. (Prüfmethoden für die Konzentration von feinen Partikeln in hochgereinigtem Wasser).

SEMASPEC

SEMASPEC 92010949B Provisional Test Method for Determination of Particle Contribution and Retention by UPW Distribution System Components (Vorläufige Prüfmethode zur Bestimmung der Partikelverteilung und -rückhaltung durch UPW-Verteilungssystembauteile).

SEMASPEC 92010936B Provisional Test Method for Determining Leachable Trace Organics from UPW Distribution Systems (Vorläufige Prüfmethode zur Bestimmung von laugfähigen organischen Mikroverunreinigungen aus UPW-Verteilungssystemen).

SEMASPEC 92010945B Provisional Test Method for Verifying the Pressure Rating of Plastic Valves Used in UPW Distribution Systems (Vorläufige Prüfmethode zur Überprüfung der Druckbelastbarkeit von Kunststoffventilen in UPW-Verteilungssystemen).

SEMASPEC 92010950B Provisional Test Method for Visual Characterization of Surface Roughness for Plastic Surfaces of UPW Distribution System Components (Vorläufige Prüfmethode zur Sichtbewertung der Oberflächenrauheit für Kunststoffoberflächen von UPW-Verteilungssystembauteilen).

SEMI

SEMI Standard F57-0301 Provisional Specification For Polymer Components Used in Ultrapure Water and Liquid Chemical Distribution Systems (Vorläufige Norm für Polymerbauteile, die in Verteilungssystemen für hochreines Wasser und Flüssigchemikalien verwendet werden.)

SEMI F40 Practice For Preparing Liquid Chemical Distribution Components for Chemical Testing (Praktik für die Vorbereitung von Verteilungssystembauteilen für Flüssigchemikalien für chemische Prüfungen).

Referenzen

Das Verfahren DyconE^{X SM} ist von BOC Edwards Chemical Management Division patentiert (US-Patent Nr. 5,641,895).