

2012 OEGセミナー

濃度管理型シロキサン暴露試験

2012年7月10日

沖エンジニアリング株式会社

環境事業部

鈴木 康之

目 次

1. シロキサン接点障害とは
2. OKIエンジニアリングのシロキサンソリューション
3. 従来のシロキサン暴露試験
4. 濃度管理型シロキサン暴露試験
5. まとめ

1. シロキサン接点障害とは

身近に使われているシリコン製品の用途

化粧品



パウダー
オイル
グリス

調理器具



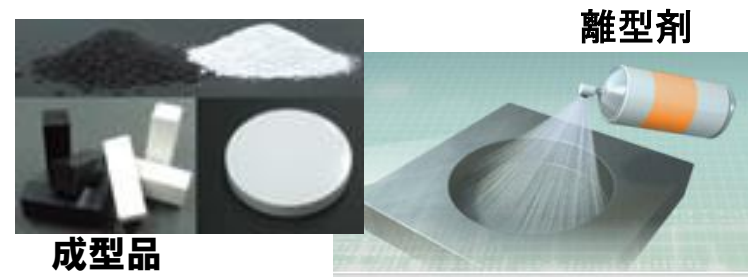
医療器具



工業製品



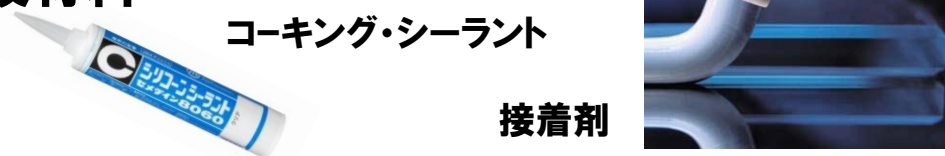
製造加工



工業材料



建設材料



過去～現在まで、あらゆる用途に使用され、使用量は年々増加

1. シロキサン接点障害とは

シロキサンとは

シロキサン = 有機ケイ酸化合物 ⊂ シリコーン = 有機ケイ素化合物

シリコーン = 有機ケイ素化合物 ≠ シリコン = ケイ素単結晶



シロキサン = オルガノポリシロキサンの略
オルガノ(有機) + ポリ(重合体) + シロキサン(ケイ酸化合物)

- 重合体が直線状態に連なったものを鎖状シロキサンといい、Mnで表す
- 重合体が閉鎖した円をなすものを環状シロキサンといい、Dnで表す
(nは、重合している分子数)

主に、重合した分子数nが、10までのものを、低分子シロキサンという

1. シロキサン接点障害とは

接点障害の発生するしくみ

接点周辺にシリコンが存在

シロキサンがガス化

接点上に付着

接点開閉動作

接点上にアーク火花が飛ぶ

アーク火花でシロキサンが酸化分解

SiO₂を生成・堆積、導通不良を起こす

- 接点障害を起こす要因 1
接点周囲温度の上昇
50℃以上になると
低分子シロキサンが気化しやすくなる

- 接点障害を起こす要因 2
雰囲気中のシロキサンがある程度の
濃度になった場合と言われている
文献値によると、その濃度は
20ppm以上 である

1. シロキサン接点障害とは

接点障害の歴史

30年以上前

20年前

10年前

現在

交換機リレー接点等

30年以上前に、低分子シロキサンによる接点障害は報告されている
対策品や代替品への材料変更、電流・電圧などの設計変更で解決

**半導体製造工程
への影響**

クリーンルーム内の建材から、低分子シロキサン
が発生ウェハに付着して、不具合を起こした
建材を対策品に変更し、解決

小型・軽量化による新たな問題

小型電子部品

小型電子部品内部の容積は減少したが
シリコン材料などの体積減少率は少なく、その結果シロキサン濃度は高くなる

2. OKIエンジニアリングにおけるシロキサンソリューション

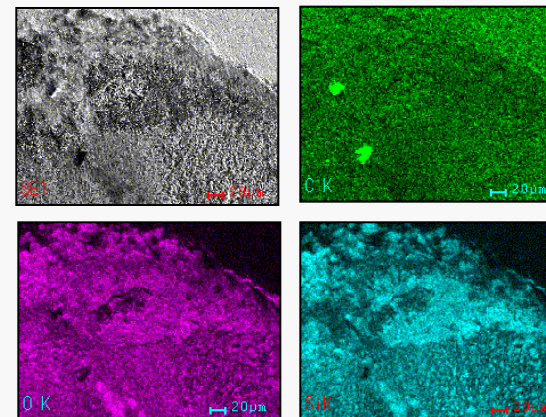
シロキサン解析ソリューション

障害部位の特定および観察



光学顕微鏡像観察

原因物質の特定



SEM像・蛍光X線マッピング分析

シロキサン定性・定量

ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC/MS)にて

- ・ 低分子から比較的高沸点のシロキサン分析可能
- ・ 環状・鎖状シロキサンに共に定性可能
- ・ ngオーダーまで定量可能

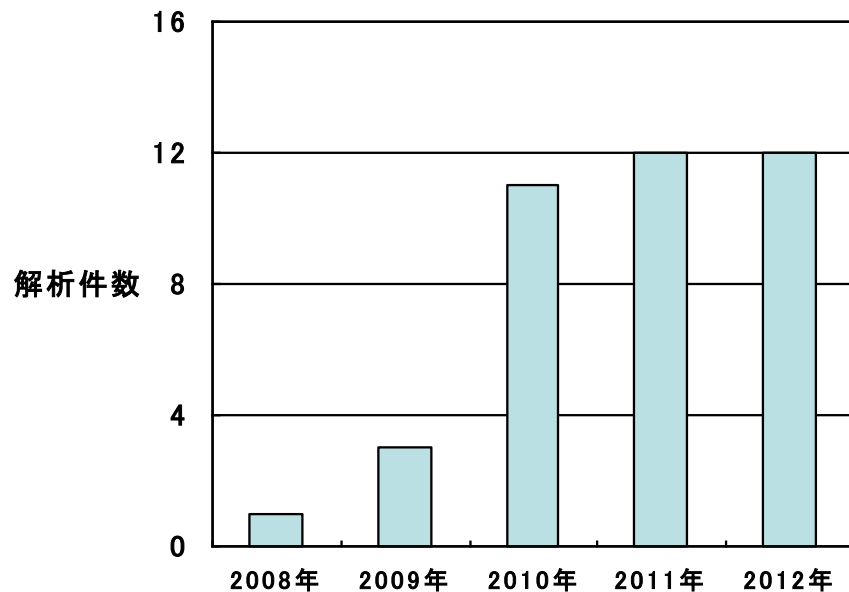


アジレントテクノロジー GC/MS 5975inert

詳しくはこちらをご覧ください http://www.oeg.co.jp/env_meas/si-o.html

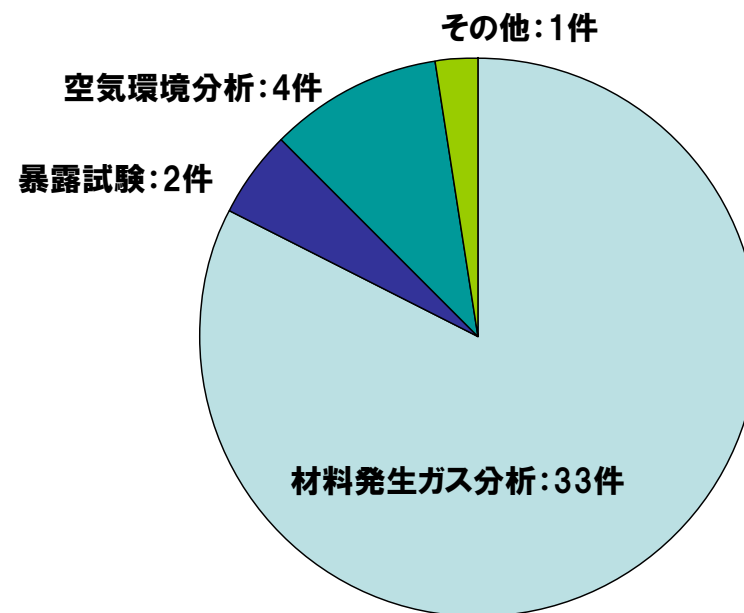
2. OKIエンジニアリングのシロキサンソリューション

当社におけるシロキサン解析依頼の状況



□ 年度別解析件数

解析件数は年々増加傾向にある



□ シロキサン解析の種類

解析依頼のほとんどが電子部品等の材料から発生するシロキサンガス分析である

※ 異物解析については、シロキサンとの判定だけではないため未集計

3. シロキサン暴露試験

従来の暴露試験方法



曝露試験槽

暴露試験条件

- ・使用シロキサン:D5 (デカメチルペンタシロキサン)
- ・試験槽内部濃度:40ppm
- ・試験槽設定温度:室温(25℃)
- ・試験槽設定湿度:35%(調湿剤、湿度計確認)
- ・内部強制循環ファン:槽内濃度均一化

内部濃度測定

槽内雰囲気を一定量採取し、ガスクロマトグラフで定量

試験方法

槽内に、リレー等の試験部品を設置し、通電状態で動作試験を実施

3. シロキサン暴露試験

従来の暴露試験方法の問題点

- 試験槽内濃度は、試験開始時の測定濃度で評価している
- シロキサンガスの内壁の吸着による濃度変化が考慮されていない
- 1000時間単位の長時間暴露試験には適さない
- 濃度をモニタリング機能が無く、接点障害が発生時のシロキサン濃度が確認できない



従来の試験方法では接点障害発生時の再現時の濃度負荷が不明確



接点障害発生時の再現性を確認するために
濃度管理型シロキサン暴露試験機が必要

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

濃度管理型シロキサン暴露試験機を構築する目的

シロキサンによる接点障害を解明するために暴露試験機として必要なこと

1. 試験槽内の **温度**を安定させること
2. 試験槽内の シロキサン**濃度**を安定させること

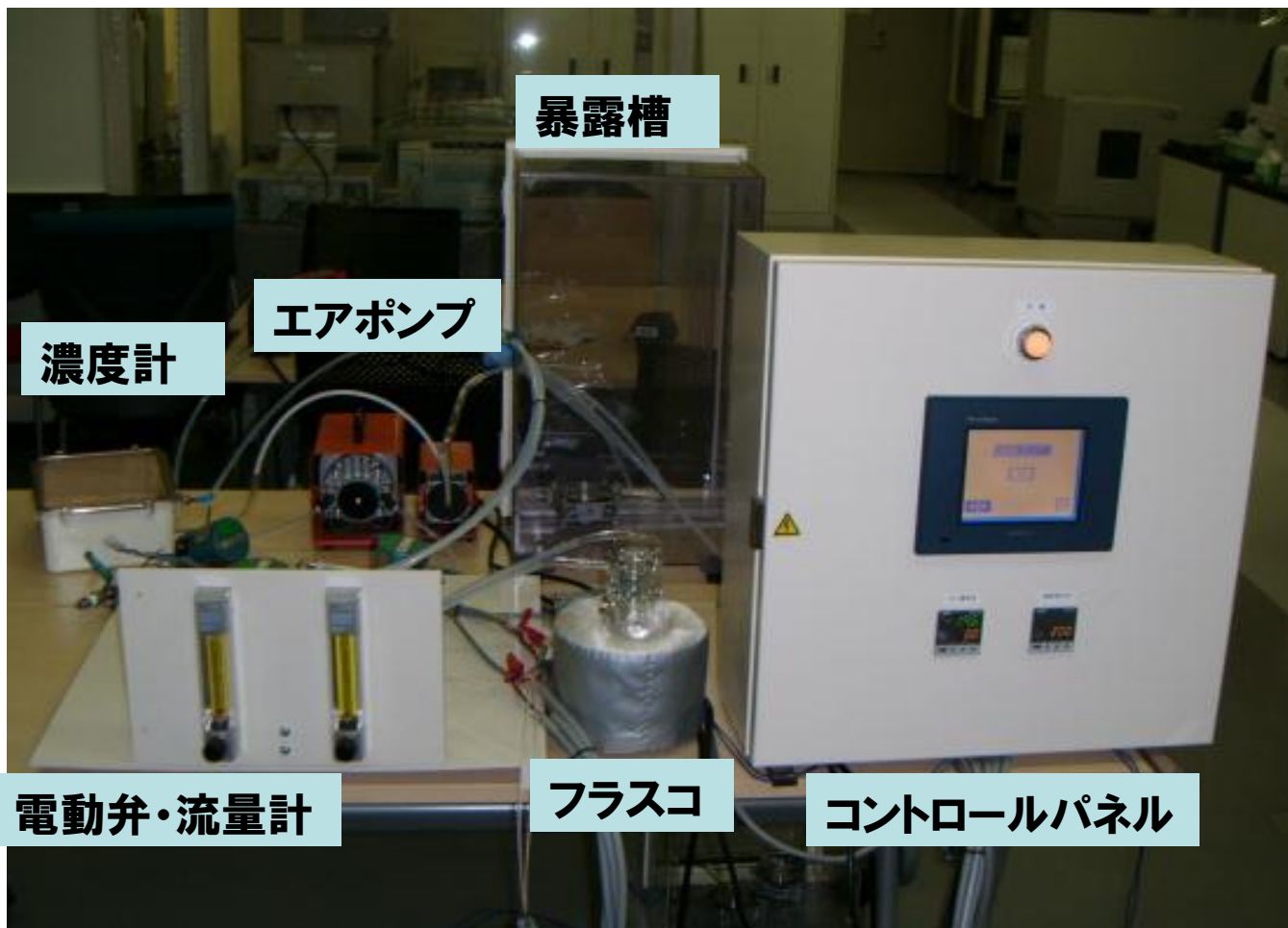


次のサービスが提供できる

- 濃度安定性**
長時間、槽内を一定の濃度で暴露試験サービス
- 接点障害の起因の解明**
接点障害の再現性試験サービス
- 材料評価試験**
接点周辺の使用部材評価、使用部材の選定サービス

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

濃度管理型暴露試験機構成



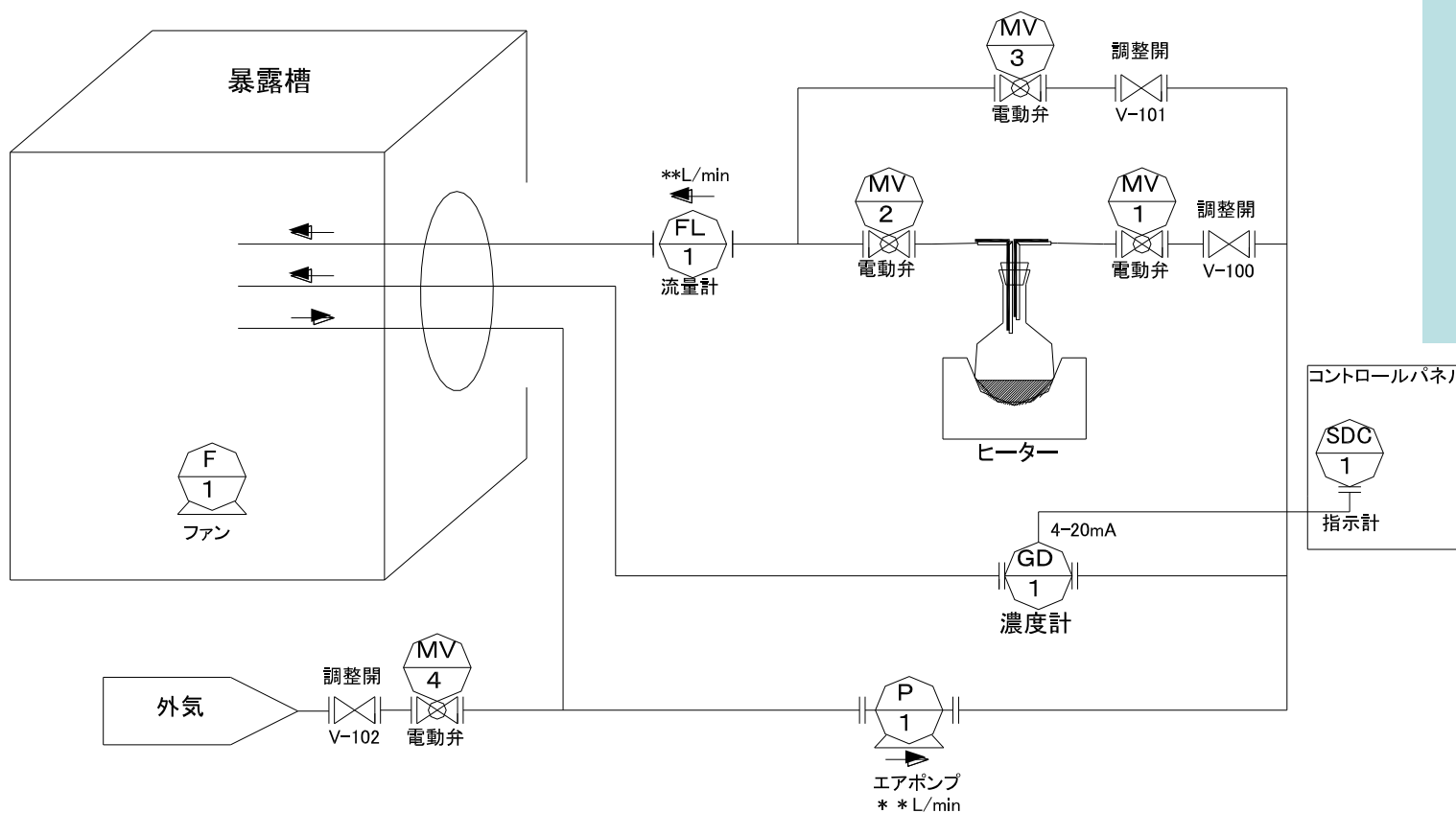
- コントロールパネル
濃度計指示値の連続モニター
シーケンサー指示値安定制御
- 電動弁、流量計
電動弁でシロキサンガス供給停止
流量計でシロキサンガス流量調整
- エアポンプ
シロキサンガスの暴露槽内循環
濃度計測定経路循環
- 濃度計
シロキサン濃度計
測定値をアナログ信号で濃度指示計に送信
- 暴露槽
アクリル製
内部ファンで暴露槽内シロキサン濃度を均一化

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

濃度管理型暴露試験機フロー(ステップ1)

□構成機器

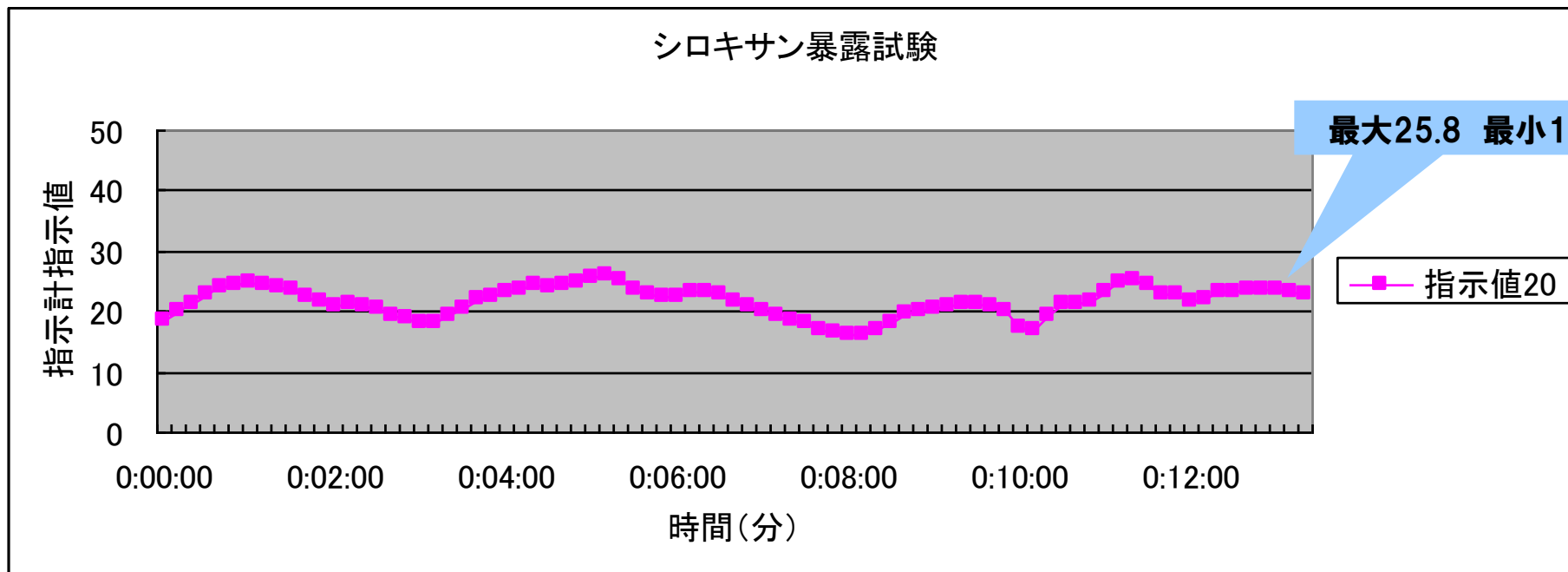
- P-1・・・エアポンプ
- MV-1,2,3,4・・・電動弁
- FL-1・・・流量計
- F-1・・・ファン
- GD-1・・・濃度計
- SDC-1・・・指示計



接点障害発生評価下限 20ppmで 濃度の安定性が必要

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

シロキサン暴露槽内の濃度安定性と連続モニタリング(ステップ1)



□濃度の安定性

指示計指示値を20になるように制御した

中央値は20を示したが、最大最少は30%程度ずれていた

指示値の安定性の向上が必要

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

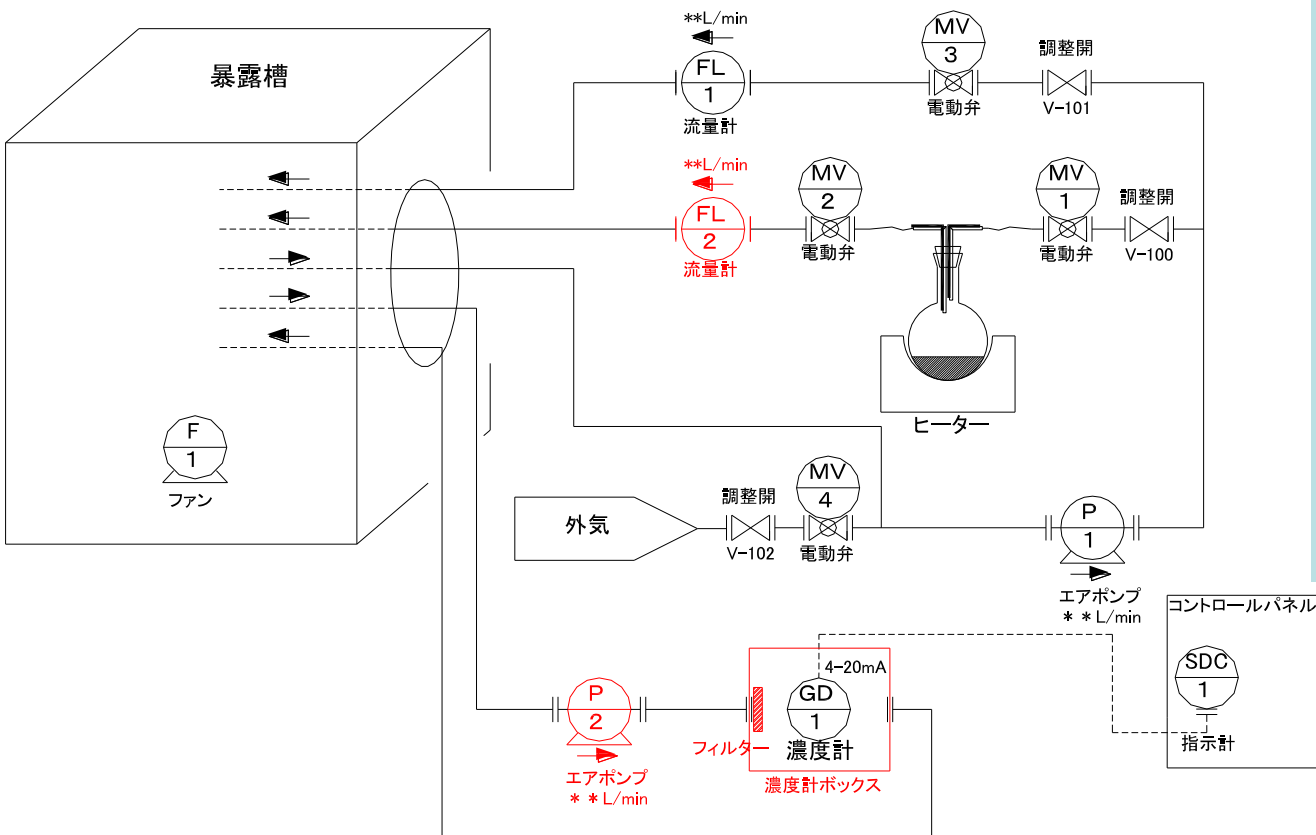
濃度管理型暴露試験機フロー(ステップ2)

□構成機器

- P-1,2...エアポンプ
- MV-1,2,3,4...電動弁
- FL-1,2...流量計
- F-1...ファン
- GD-1...濃度計
- SDC-1...指示計

□ステップ1からの改良点

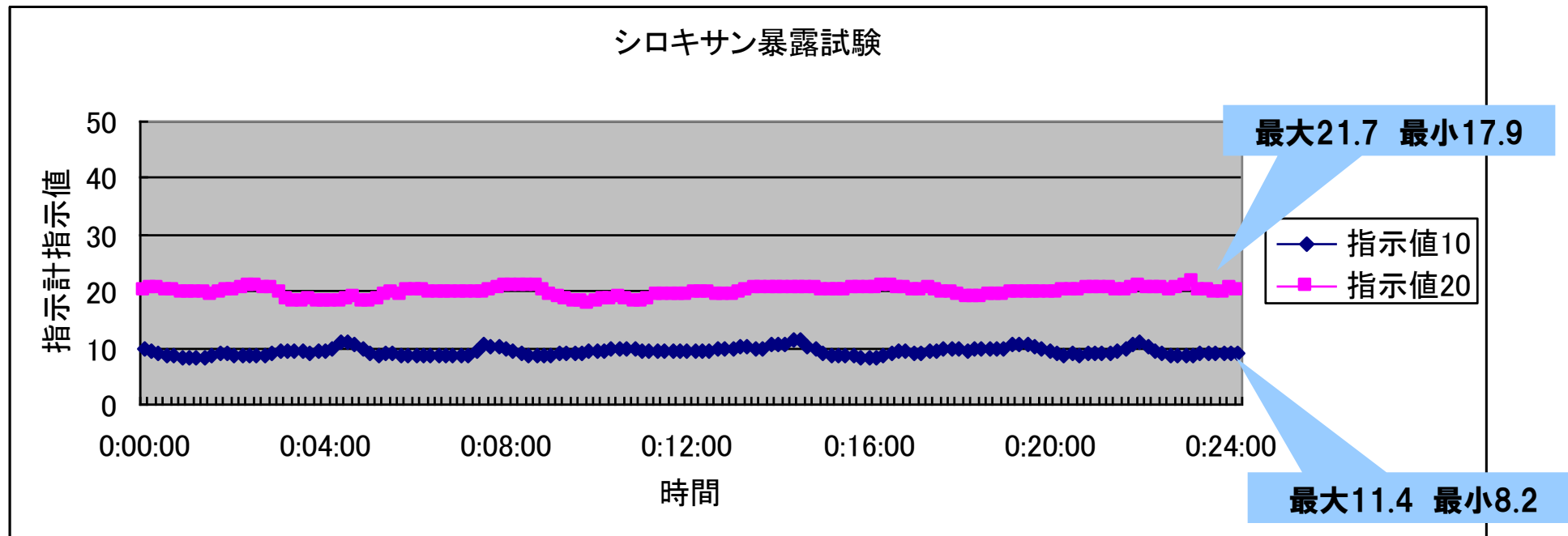
- ・シロキサンガス用流量計追加
- ・エアポンプ、濃度計用ボックス追加
- ・濃度計用フィルター追加



接点障害発生評価下限 20ppmで 濃度の安定性
 制御精度±10%を目標とした

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

シロキサン暴露槽内の濃度安定性と連続モニタリング(ステップ2)



□濃度の安定性(24時間連続制御、評価データは1回/分で確認)

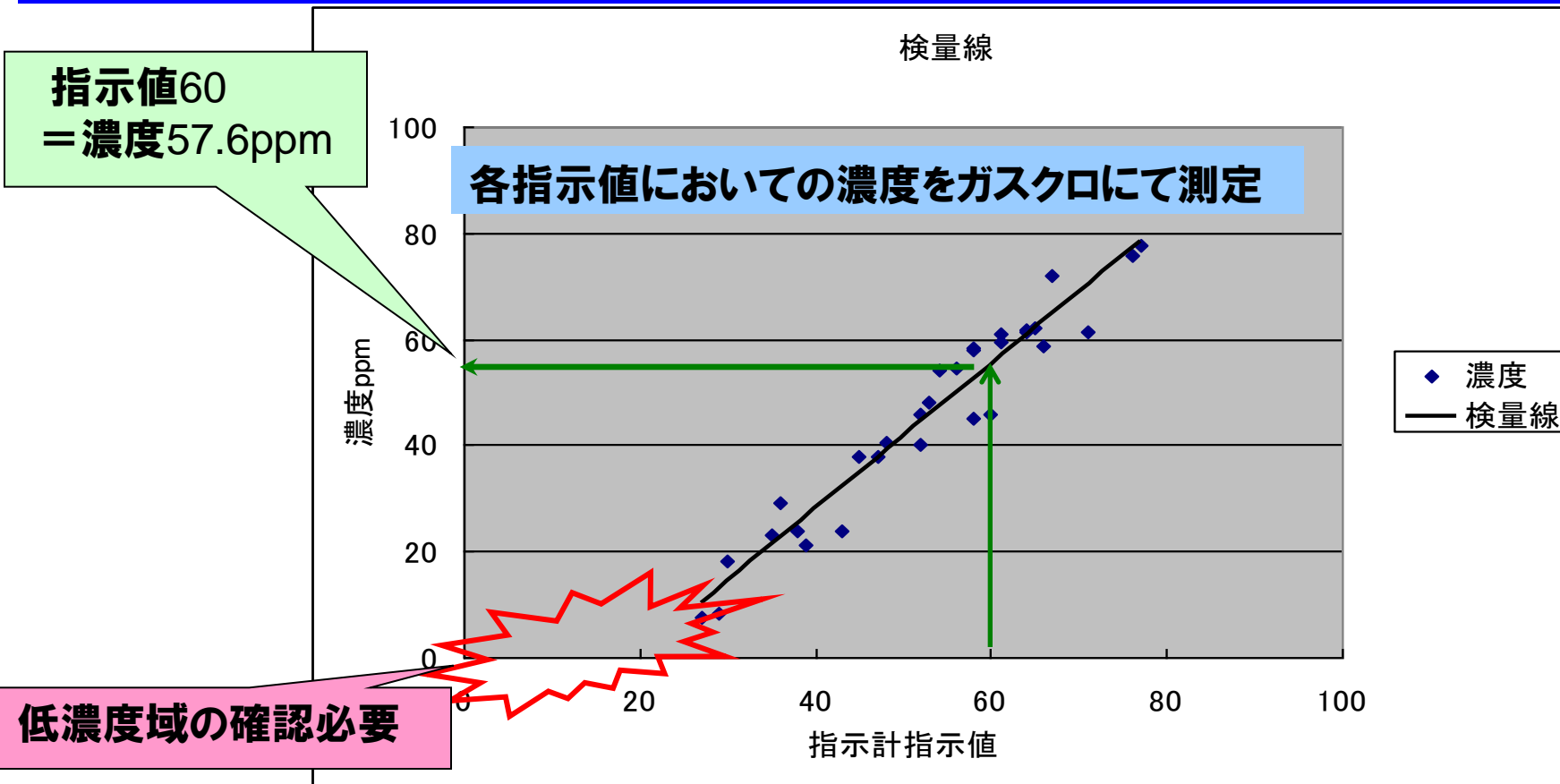
指示計指示値20の時 標準偏差 0.79

指示計指示値10の時 標準偏差 0.68

となり、任意の指示計指示値において制御安定性を確保できた

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

シロキサン暴露槽内濃度と指示値の相関性の確認



濃度20ppmから80ppmまでは相関関係が確認できた(相関係数 0.9674)
 指示値から濃度は $1.4X - 26.4$ の式で求めることが出来る

⇒ この結果、ガスクロマトグラフがない場所でも濃度確認が可能となる

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

現状の濃度管理型暴露試験機スペック

- 槽内濃度を50ppmにて設定で±10ppm程度で制御可能
- 24時間以上暴露槽内の濃度を一定に保持



- 電子部品などがシロキサン環境下で影響を受けるかどうか、加速試験のサービスが可能
- 濃度測定装置(ガスクロマトグラフ)がない場所でも、暴露試験が可能



- 濃度管理型暴露試験機を使用し、加速試験をおこない接点障害の起因解析するサービスをスタート

4. 濃度管理型シロキサン暴露試験

濃度管理型暴露試験機の精度向上による評価試験

暴露試験機の課題

- 低濃度(10~20ppm程度)の濃度計の評価
- 濃度計が外的要因(温度・埃等)を受け易いのでその対応
- 1000時間単位の長時間連続試験



課題のクリア

評価試験

- 接点障害が発生する濃度の差異
- 各濃度における接点障害が発生する時間の差異
- シリコンの種類別の差異
- 周囲環境(温度・湿度・電流・電圧・リレーの開閉サイクル数)別の差異



試験評価の確認

- 電子部品などが使用環境下においてシロキサンにより長時間暴露され接点障害が起きる再現試験が可能となる
- 接点障害発生評価下限である20ppmの濃度による評価が可能となる(20ppm以下で長時間暴露し接点障害が起こるかどうかが検証)

5. まとめ

このように、シロキサンがかかわる障害は30年以上前からありましたが、昨今の小型・軽量化に伴い、電子部品・車載部品にも波及してきています。

今回、ご紹介致しましたように濃度管理型暴露試験機による試験サービスを開始させることにより、シロキサンによる接点障害の加速試験が可能となりました。今後は低濃度領域の評価を確認し、使用環境下における再現試験を行い接点障害の原因を解明、材料の選定評価をさせていただきます。

OKIエンジニアリングでは、シロキサンに関わる問題について、接点観察、濃度測定なども取り揃え、対応いたします。お気軽にご相談下さい。

ご清聴いただき、ありがとうございました

》お問合せ先

沖エンジニアリング株式会社

- 環境事業部
調査分析グループ
- TEL: 03-5920-2356
- 担当: 鈴木

- E-mail: oeg-env-div@oki.com
- URL: <http://www.oeg.co.jp/>

ご連絡をお待ちしております

