

SEMI C1-0705

液体化学薬品の分析のためのガイド

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)。

本ガイドは、Liquid Chemicals Global Technical Committee で技術的に承認されている。現版は global Audits and Reviews Subcommittee で 2005 年 4 月 7 日に発行が承認された。2005 年 7 月に www.semi.org で。初版は 1978 年発行、前版は 2004 年 7 月発行。

1 目的

- 1.1 液体化学薬品は半導体デバイスを製造する際に広範囲に使用されており、液体化学薬品の純度は製造過程においてデバイスの歩留まりに影響するものとして示される。
- 1.2 幅広い種類の半導体デバイスが製造されるため、異なったレベルの純度がそれぞれの液体化学薬品の標準やガイドラインとして規定されている。
- 1.3 本ガイドでは、特定の液体化学薬品に適合するために要求される標準化された検証過程のための、様々な分析過程について説明されている。

2 範囲

- 2.1 液体化学薬品の標準はすべて、ガイドライン、仕様、有効な分析過程で構成されている。相応しい分析過程は、各グレードの液体化学薬品の標準ごとに定義され、感度が液体化学薬品の各々のグレードの要求事項に適合するようになっている。
- 2.2 本ガイドは、液体化学薬品の証明に使われるそれぞれの方法の概要を説明している。本ガイドに記される相応しい手順を用いて分析的に認証された液体化学薬品のそれぞれのグレード (1-5) は、「SEMI 仕様に適合している (“meeting SEMI specifications”) 」ということができる。
- 2.3 分析過程 — 液体化学薬品の仕様を規定するために使用される手順は、§ 7 に記されている。分析過程は、表 1 に記載されている。
- 2.4 安全性 (Safety) — 安全上の予防措置をますます発展させてゆくために、本書が個々の化学薬品の安全な取扱に関する明確な記述をなすことは重要なことである。ユーザは生産ラベル、生産データシート、政府機関の規則、およびその他関連文書を参考とする。

注意： このスタンダードおよび安全ガイドラインはその使用に関連した全ての安全上の問題を取り扱うことを意図していない。この文書の利用者は、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項を決定し、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。

表 1 分析過程

7.1	酸およびアルカリ Acidity and Alkalinity
7.2	ワイドボアカラム ガスクロマトグラフによる測定法 Assay by Wide Bore Column Gas Chromatography
7.3	色 Color
7.4	蒸発残分 Residue after Evaporation
7.5	強熱残分 Residue after Ignition
7.6	少量のヒ素（およびアンチモン）の測定 Trace Arsenic (and Antimony) Determination
7.7	PH メーターの使用 Use of a pH Meter
7.8	イオン・クロマトグラフィ Ion Chromatography
7.9	原子吸収分光 Atomic Absorption Spectrometry (AAS)
7.10	炎放射分光 Flame Emission Spectrometry
7.11	グラファイト炉原子吸光分光法 Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS)
7.12	誘導結合プラズマ発光分光分析装置 Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)
7.13	ICP 質量分光分析法 Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)
7.14	液体中のパーティクルの校正および測定法 Calibration and Measurement Method for Particles in Liquids

3 参照スタンダード

3.1 ASTM スタンダード¹

ASTM D5127 — Standard Guide for Ultra Pure Water Used in the Electronics and Semiconductor Industry

ASTM E203 — Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration

注意： 別途指示のない場合、引用された全ての文書は最新版を指す。

4 要求事項

4.1 略語およびサイン (Abbreviations and Signs) — 本ガイドにおいて使用する略語およびサインは、American Chemical Society (ACS)²の出版物に使用されているものに限定される。

4.2 測定における精度および許容誤差 (Accuracy and Tolerances in Measurements) — もし、他に規定がなければ、テスト手順におけるサンプル量に必要な精度は、重量または体積の何れかで、指定サンプル量の 2%以内であると理解しなければならない。希釈して指定量を達成する場合、または溶液の指定量を用いる場合には、その量は指定量の 2%以内でなければならない。

4.3 酸性度およびアルカリ性度 (Acidity and Alkalinity) — 液体化学薬品の酸性度またはアルカリ性度、もしくは酸性度とアルカリ性度の両方のための試験が規定される。（§ 7.1 の酸性度とアルカリ性度を参照）

¹ ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, USA; Telephone: +1.610.832.9585, Fax: +1.610.832.9555, <http://www.astm.org>

² American Chemical Society, 1155 Sixteenth Street, NW, Washington DC, 20036, USA; Telephone: +1.202.872.4600, Fax: +1.202.872.4615, <http://www.chemistry.org>

4.4 分析のブランク(*Analytical Blank*) — 別途指定のない場合、「ブランク」が出るとされている場所では、同一の試薬の同一の量でブランクが出ることとなり、ある意味では物質そのものが除かれて試験用のサンプル分を使った場合に出るものとも同一となる。

4.5 装置 (*Apparatus*) — 他に限定するものがなければ、装置は関連テストの実施に際し一般的に用いられるものでなければならない。

4.6 原子量および式量 (*Atomic and Formula Weights*) — 使用される分子量 (例えば、原子量) は、国際純正応用化学連合 (IUPAC) ³の最新の出版物に記されるものとする。式量は、原子量の規定の倍数を加えることにより定められた実験式 (分子式) で計算される。別途指定のない場合、式量は小数点の右側の2つの有効数字に四捨五入される (§ 4.17, 数字の丸めを参照)。

4.7 分析結果と仕様限度の比較 (*Comparison of Analytical Results with Specification Limits*) — テストの分析結果と仕様に関連する数値限度とを比較する場合、分析結果はその数値限度に示される有効数字の桁において丸めなければならない (数の丸め, § 4.17 参照)。その結果、最低 96%に指定された仕様は 95.5%までの結果に適合し、最低 96.0%として指定された仕様は 95.95%までの結果に適合する。最大 0.1%と指定された仕様は、0.149%までの結果に適合し、最大 0.10%と指定された仕様は、0.105%までの結果に適合する。最大 10 ng/mL といったように、小数点以下の数字が与えられていない仕様では、10.5 ng/mL までのテスト結果が仕様に適合する。この小数点の使用は、0.01 ng/mL から 10 ng/mL への変換と 0.010 ng/mL から 10 ng/mL への変換の区別を明白にするためのものである。⁴

4.8 密度 (*Density*) — 液体の密度は 25°C における空気中の compound に対して測定され、g/mL で表されなければならない。水に対する比重が測定される場合、適切な温度における水の密度に対する表の値を使用することにより密度として表さなければならない。

4.9 乾燥器 (*Desiccator*) — 乾燥器は、低湿度の雰囲気が維持されるような適切な乾燥剤 (一般的には塩化カルシウムまたは硫酸塩) を充填して密封した容器を用いなければならない。

4.10 一定重量への乾燥または加熱 (*Drying or Igniting to Constant Weight*) — 「一定重量になるように乾燥された」または「一定重量になるように加熱された」というステートメントは、2つの別個の検量が僅か ± 0.4 mg (もし他に指定がなければ) しか変わらないということを意味しなければならない。ここで、二次検量は 1 時間 (もし他に指定がなければ) の第二次乾燥または 15 分間 (もし他に指定がなければ) の加熱に引き続き行われる。

4.11 容積および濃度の表現 (*Expression of Content and Concentration*) — もし他に指定がなければ、それに関係する仕様限度および実験結果は、重量/重量の単位で表わさなければならない。テスト試薬溶液の濃度は、モル濃度または規定度または重量/容積の%で表さなければならない。酸化還元規定度値は常に挿入句的に関連するモル濃度を伴う。試薬の近似的な希釈においては、「+」サインを間に挟んだ2つの数字の表現は次のことを意味しなければならない。すなわち、最初の数字によって与えられる指示試薬の相対量は二番目の数字によって与えられる水の相対量と混合しなければならない。このように、「希釈」硫酸の 1 単位量が水の 3 単位量に加えられて、混合され均一な溶液を作る。

4.12 濾過 (*Filteration*) — もし他に指定がなければ、「フィルタ」というステートメントは、濾過水がクリヤーになるまで、適切な濾過紙を通して濾過することを意味する。

4.13 物理的性質 (*Physical Properties*) — 物理的性質は通常仕様目的のために用いてはならない。しかしながら、情報目的のためには、特殊液体化学薬品のための代表値を、供給される状態でその液体化学薬品の研究論文に含むことができる。該当するならば、物理的性質は 25°C に指定されなければならない。

³ The International Union of Pure and Applied Chemistry, PO Box 13757, Research Triangle Park, NC 27709-3757, USA, <http://www.iupac.org>

⁴ Flachka, H. A., Barnard Jr., A. J., Sturrock, P. E., Quantitative Analytical Chemistry, Willard Grant Press, 2nd ed. (1980): p 4.

4.14 試薬薬品 (*Reagent Chemicals*) — 他に指定がなければ、テストに使用されるべき試薬は、American Chemical Society 出版の「試薬薬品」最新版⁵に述べられている品質の最低スタンダードには従わなければならない。

4.15 蒸発残分 (*Residue After Evaporation*) — 「蒸発残分」テストは液体化学薬品の評価にしばしば使用される (§ 7.4 の蒸発残分の測定を参照)。

4.16 強熱残分 (*Residue After Ignition*) — 「強熱残分」テストはサンプル中に存在する非揮発性の非有機物質の量を評価するのに役立つ。 (§ 7.5 の強熱残分の測定を参照。)

4.17 数の丸め (*Rounding of Numbers*) — 測定値または計算値の「丸め」については、下記のルールを用いなければならない。

4.17.1 保持すべき最終の桁の次の数字が 5 未満の場合には最終桁の数字は変えずにそのままとする。

4.17.2 保持すべき最終の桁の次の数字が 5 を超える場合には、最終桁の数字に 1 を加える。

4.17.3 保持すべき最終の桁の次の数字が 5 であり、かつ 5 の次に数字がないかまたは 0 である場合には、最終桁の数字が奇数のときは 1 を加え、偶数のときは変えずにそのままとする。

4.17.4 保持すべき最終の桁の次の数字が 5 であり、かつ 5 の次に 0 以外の数字がある場合には、保持すべき最終桁の数字に 1 を加える。

4.17.5 直接的な丸めにより 1 ステップで丸めた数字を得るべきで、2 回も 3 回も引き続き丸めを行わない。

4.18 サンプルおよびサンプリング (*Sample and Sampling*) — 小さな容器に入れて支給される液体化学薬品については、一つ (またはそれ以上) を新たにテスト用として開けなければならない。それにより、汚染に対する可能性や組成 (例えば、湿気吸収による) 上の変化を低減させることができる。液体化学薬品が大量に支給される場合には、一つまたはそれ以上のドラムや他の容器を二次汚染を避けるようサンプルしなければならない。液体化学薬品サンプルは密閉され、試験所に迅速に移送できるようにラベルを付し、清浄な容器に入れて保管されなければならない。

4.19 仕様および仕様限度 (*Specifications and Specification Limits*) — 本ガイドによって与えられる仕様は、半導体および高度電子機器や回路の製造およびプロセスに使用される液体化学薬品のために役立つように考えられている。仕様および関連テストはサプライヤおよびユーザの経験、さらに所要品質の液体化学薬品に関する研究論文に基づいている。

4.19.1 可能ならば、容量仕様は重量/重量の単位で数値限度値として表されなければならない。そのような限度値を指定することができない仕様については、「To pass test」という表現を用いなければならない。

4.19.2 主要成分に対しては、その値 (含量、純度等) は最小許容限度値または範囲値として表されなければならない。不純物に対しては、その値は最大許容限度値として表されなければならない。

4.19.3 仕様に従った液体化学薬品は、一般的に最小許容限度値以上の主要成分を含んでいるか、もしくは液体化学薬品に対する規定の範囲値以内で、また最大許容限度値以下の不純物 (または数種類の不純物) を含んでいたりすることがある。何れの場合でも、その液体化学薬品は仕様によって指定されたよりも高品質であると考えべきではない。

4.19.4 仕様や手順において、液体化学薬品について存在すると思われる全ての不純物または汚染物質を想定することは明らかに不可能である。ある液体化学薬品に含まれているかもしれない不純物すべてについて仕様と分析手順を決めることは明らかに不可能である。アプリケーションによっては、より厳しいか、あるいは追加の仕様と分析手順が必要な場合があることが認められる。この仕様と対応する分析

⁵ Available from American Chemical Society, 1155 Sixteenth Street, NW, Washington DC, 20036, USA; Telephone: +1.202.872.4600, Fax: +1.202.872.4615, <http://www.chemistry.org>

手順の意図するところは、半導体デバイスの製造やプロセスで投入される一般的用途に適していることを確認することの他に、その液体化学薬品の現状の製造プロセスと一致させることもある。

4.20 仕様パラメータ (*Specification Parameters*) – 特定の液体化学薬品に関する仕様パラメータ記述は、可能な場合次のとおりでなければならない。

4.20.1 主要成分の含有量を評価する定量分析または他のテスト

4.20.2 外見または色

4.20.3 酸, アルカリ, またはその両方, 溶液の pH 範囲

4.20.4 蒸発残留分または燃焼残留分

4.20.5 水分含有率

4.20.6 アルファベット順に並べられた種々の一般的テスト

4.20.7 規定陰イオンとアンモニウムのテストは, アルファベット順に並べられる (アンモニウム ammonium, 塩化物 chloride, 硝酸エステル nitrate, リン酸塩 phosphate, 硫酸塩 sulfate)

4.20.8 グレード 2 より高い仕様での金属には, アルミニウム, アンチモン, ヒ素, バリウム, ホウ素, カドミウム, カルシウム, クロム, 銅, 鉄, 鉛, リチウム, マグネシウム, マンガン, ニッケル, カリウム, 錫, チタン, バナジウム, および亜鉛がある。

4.20.9 仕様パラメータの主要用語はすべて最初の文字を大文字にしなければならない。

4.20.10 仕様パラメータの記述に従って, 適切ならば, 結果計算の基礎となる種類は, 原子記号や実験式のように挿入句的に表されなければならない。

4.21 風袋を計った容器 (*Tared Containers*) – 風袋を計った容器の使用が指定される場合には, その容器はテスト手順と同一の, 乾燥または燃焼, あるいはその両方, 乾燥器内の冷却, および計量等の全オペレーションを持ちこたえなければならない。新しい容器を使用する場合には, オペレーションにおいて一定重量であることを確かめるために特殊な測定が必要となる。

4.22 温度 (*Temperature*) – 湿度値は摂氏 (°C) で表されなければならない。

4.23 水 (*Water*) – テスト手順における水の基準は, 所定の目的に適切なグレードである水を意味すると了解されている。テストする液体化学薬品のグレードによって, ASTM Standard Guide D5127 のタイプ E-1, E-1.1 および E-1.2 の水に対する要求事項を満たす水を使用することがある。窒素化合物に対するテストでは, 水は「アンモニア不含」または「窒素不含」でなければならない。テストによっては, アンモニア, 二酸化炭素, または酸素のように空気中から吸収される物質がないことを確実にするため, 新たに煮沸した水を使用しなければならない。

4.24 Karl Fischer 滴定による水分の含有量 (*Water Content by Karl Fischer Titration*) – 水を測定する Karl Fischer 法は, いわゆる Karl Fischer 試薬を用いる滴定を包含しており, 試薬は沃素, 二酸化硫黄, ピリジン, およびメタノールで構成されている。この方法の詳細は, ASTM スタンドアード E203 および American Chemical Society 出版の Reagent Chemicals に規定されている。

4.25 水槽と蒸気槽 (*Water and Steam Baths*) – 他に指定がなければ, 水槽とは活発に沸騰する水のためのバスを意味する。また, 他に指定がなければ, 蒸気槽 (1 大気圧における) とはフロー蒸気に曝されるかまたはそれと同温度の他の熱源に曝されることを意味しなければならない。

4.26 重量および寸法 (*Weights and Measures*) – 使用される重量および寸法は, 国際単位系 (SI : International System) ⁶でなければならない。

⁶ Bureau International des Poids et Mesures, Pavillon de Breteuil, 92312 Sèvres cedex, France; Telephone: +33.1.45.07.70.70, Fax: +33.1.45.34.20.21, <http://www.bipm.fr/>

5 試薬およびスタンダード溶液

5.1 それぞれの分析過程に使用される試薬の純度は、分析される液体化学薬品のグレードに付随する。

5.2 モリブデン酸アンモニウム試薬溶液 (*Ammonium Molybdate Reagent Solution*) — 50 g のモリブデン酸アンモニウム $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ を 1 N の硫酸に溶かし、1 N の硫酸で希釈して 1000 mL とする。

5.3 チオシアン酸アンモニウム試薬溶液 (*Ammonium Thiocyanate Reagent Solution*) — 150 g のチオシアン酸アンモニウム NH_4SCN を水に溶かし、水で希釈して 500 mL とする。

5.4 アンチモニー標準溶液 (*Antimony Standard Solution*) — 0.275 g のアンチモン酸カリウム $\text{KSbO}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6) \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ を水に溶かし、水で希釈して 1000 mL とする (1.0 mL = 0.1 mg のアンチモニー (Sb))。

5.5 ヒ素ストックおよび作業用溶液 (*Arsenic Stock and Working Solution*) — § 7.6.3.1 参照。

5.6 塩化バリウム溶液 (*Barium Chloride Solution*) — 60 g の二水化塩化バリウム $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ を水に溶かし、水で希釈して 500 mL とする。

5.7 ホウ素標準溶液 (*Boron Standard Solution*) — 0.572 g のホウ酸 H_3BO を水に溶かし、水で希釈して 1000 mL とする。この溶液 10 mL を水で希釈して 1000 mL とする (1.0 mL = 0.001 mg のホウ素 (B))。

5.8 「臭素水」試薬溶液 (*“Bromine Water” Reagent Solution*) — 瓶中の水に液体臭素を十分加える。混合液を振ったとき、溶解していない臭素が分離相として残るように十分加える。

5.9 硫酸ブルシン溶液 (*Brucine Sulfate Solution*) — 0.6 g の硫酸ブルシン $(\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ を予め室温までに冷やした硫酸 (2 + 1) に溶かし、酸で希釈し、1000 mL とする。硫酸は下記のように調製された硝酸塩を含まない酸である。濃縮硫酸 (約 96% の H_2SO_4) を水に加えることにより希釈し、約 80% の H_2SO_4 とする。熱して三酸化硫黄の濃い発煙を起し冷却する。希釈と発煙を 3~4 回繰り返す。

5.10 カルミン酸試薬溶液 (*Carminic Acid Reagent Solution*) — 0.05 g のカルミン酸を 100 mL の硫酸に溶かし、完全に溶解するまで振る。

5.11 塩化物標準溶液 (*Chloride Standard Solution*) — 0.165 g の塩化ナトリウム NaCl を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。更にこの溶液の 10 mL を水で希釈して 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の塩化物 (Cl) イオン)。

5.12 ジメチルグリオキシメ試薬溶液 (*Dimethylglyoxime Reagent Solution*) — 1.0 g のジメチルグリオキシメを 100 mL, 95% エタノール EtOH 試薬アルコールに溶かす。

5.13 硫化水素水 (*Hydrogen Sulfide Water*) — 使用直前に硫化水素ガスで水を飽和させる。

5.14 ヒドロキシルアミン塩酸塩試薬溶液 (*Hydroxylamine Hydrochloride Reagent Solution*) — 10 g のヒドロキシルアミン塩酸塩 $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。

5.15 鉄標準溶液 (*Iron Standard Solution*) — 0.702 g の六水化・硫化・鉄アンモニウム $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を 10 mL, 10% の硫酸に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。次にこの溶液の 10 mL に 10% の硫酸 10 mL を加え、水で希釈して 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の鉄 (Fe) イオン)。

5.16 鉛標準溶液 (*Lead Standard Solution*) — 0.160 g の硝酸鉛 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ を 100 mL の希釈硝酸 (1 + 99) に溶かし、水で希釈して 1000 mL とする。使用直前にこの溶液の 10 mL を水で希釈して 100 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の鉛 (Pb) イオン)。

5.17 メチルオレンジ指示溶液 (*Methyl Orange Indicator Solution*) — 0.1 g のメチルオレンジを 100 mL の水に溶かす。

5.18 メチルレッド指示溶液 (*Methyl Red Indicator Solution*) — 0.1 g の塩酸塩フォームのメチルレッドを 100 mL, 95% の EtOH (エタノール) 試薬アルコールに溶かす。

5.19 *P*- (メチルアミノ) フェノール硫酸塩試薬溶液 (*p*-(Methylamino)phenol Sulfate Reagent Solution) — 0.2 g の *P*- (メチルアミノ) フェノール硫酸塩を 100 mL の水に溶かし、20 g の重亜硫酸ナトリウムを加える。微量の磷酸塩の測定におけるその試薬溶液の性能は、下記のテストによって確かめることができる。

5.19.1 0.5 N の硫酸 25 mL および 1 mL のモリブデン酸アンモニウム試薬溶液を 4 つの試験管にそれぞれ入れる。1 mL の試薬溶液を試験管のそれぞれに加える。試験管にそれぞれ 0, 0.005, 0.010, および 0.020 mg の磷酸塩イオン (PO_4) を加える。室温で 2 時間後、青色の濃度の増大がこれらに見られる筈である。

5.20 ニッケル標準溶液 (Nickel Standard Solution) — 0.448 g の六水化硫酸ニッケル ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。更にこの溶液の 10 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg のニッケル (Ni) イオン)。

5.21 硝酸塩標準溶液 (Nitrate Standard Solution) — 0.163 g の硝酸カリウム KNO_3 を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。更にこの溶液の 10 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の硝酸塩 (NO_3) イオン)。

5.22 窒素標準溶液 (Nitrogen Standard Solution) — 0.382 g の塩化アンモニウム NH_4Cl を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。更にこの溶液の 10 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の窒素 (N))。

5.23 フェノールフタレイン指示溶液 (Phenolphthalein Indicator Solution) — 1 g のフェノールフタレインを 100 mL, 95% の EtOH (エタノール) 試薬アルコールに溶かす。

5.24 磷酸塩標準溶液 (Phosphate Standard Solution) — 0.143 g の一塩基磷酸カリウム KH_2PO_4 を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。更にこの溶液の 10 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の磷酸塩 (PO_4) イオン)。

5.25 プラチナーコバルトストック溶液 (APHA 500) (Platinum-Cobalt Stock Solution (APHA 500)) — (§ 7.3.2 参照。)

5.26 沃化カリウム試薬溶液 (Potassium Iodide Reagent Solution) — 10 g の沃化カリウム KI を 100 mL の水に溶かす。使用直前に調製すること。

5.27 カリウム標準溶液 (Potassium Standard Solution) — 0.191 g の塩化カリウム KCl を水に溶かし、水で希釈して 1000 mL とする。更にこの溶液の 100 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1 mL = 0.010 mg のカリウム (K) イオン)。

5.28 硝酸銀試薬溶液 (Silver Nitrate Reagent Solution) — 1.7 g の硝酸銀 AgNO_3 を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。

5.29 炭酸ナトリウム試薬溶液 (Sodium Carbonate Reagent Solution) — 1.0 g の無水炭酸ナトリウム Na_2CO_3 を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。

5.30 砒酸ナトリウム試薬溶液 (5%) (Sodium Arsenite Reagent Solution (5%)) — 1.0 g の無水砒酸ナトリウム NaAsO_2 を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。

5.31 水酸化ナトリウム試薬溶液 (Sodium Hydroxide Reagent Solution) — 50 g の水酸化ナトリウム NaOH ペレットを水に溶かし、二酸化炭素を含まない水で希釈して 500 mL とする。

5.32 ナトリウム標準溶液 (Sodium Standard Solution) — 0.254 g の塩化ナトリウム NaCl を水に溶かし、水で希釈して 1000 mL とする。更にこの溶液の 100 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1 mL = 0.010 mg のナトリウム (Na) イオン)。

5.33 塩化錫試薬溶液 (Stannous Chloride Reagent Solution) — 20 g の二水化塩化錫 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ペレットを塩酸に溶かし、塩酸で希釈して 100 mL とする。

5.34 澱粉指示溶液 (Starch Indicator Solution) — 1 g のヨード滴定用の溶けやすい澱粉を 10 mg の赤の沃化水銀 HgI_2 および十分な冷水と混合し、薄いペーストを作る。200 mL の熱湯を加え掻き混ぜながら 1 分間煮沸する。冷却し、熱い湯でよく漱いだ貯蔵用の瓶に移す。

5.35 硫酸塩標準溶液 (Sulfate Standard Solution) — 0.148 g の無水硫酸ナトリウム Na_2SO_4 を水に溶かし、水で希釈して 100 mL とする。更にこの溶液の 10 mL を水で希釈し 1000 mL とする (1.0 mL = 0.010 mg の硫酸塩 (SO_4) イオン)。

5.36 チモールフタレイン指示溶液 (Thymolphthalein Indicator Solution) — 0.10 g のチモールフタレインを 100 mL, 95% の EtOH (エタノール) 試薬アルコールに溶かす。

6 方法の妥当性確認

6.1 方法の妥当性確認 (Method Validation) — 微量金属、微量陰イオン、湿性および成分の分析方法は、性能パラメータを評価し、スタンダードやガイドラインの要求事項と照らし合わせる必要がある。正確さ、精度測定、干渉を、各々の方法について検討し報告するべきである。

6.1.1 微量金属、微量陰イオンおよび湿性に対する正確さ (Accuracy for Trace Metals, Trace Anions and Moisture)

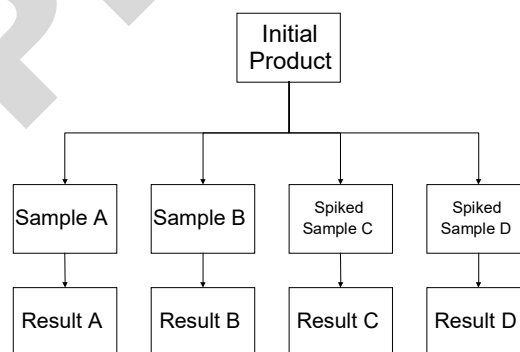
6.1.1.1 方法の正確さとは、サンプルの測定濃度から発生するデータをその「既知」濃度と比較した性能示数である。場合によっては、トレース可能な標準が入手できず、「入手可能な最良の標準」で代用することがある。

6.1.1.2 試験方法の正確さを、標準基準材料をサンプルとし、それを候補である試験方法で分析して決定する。試験方法の正確さは偏りのパーセント (%) として報告する：

$$\text{偏り\%} = \frac{X_{\text{測定値}} - X_{\text{真値}}}{X_{\text{真値}}} \times 100$$

6.1.1.3 「真値」のための適切なトレース可能な標準が存在しない場合は、「入手できる限り最善のスタンダード」を認めた手順を説明する。

6.1.1.4 スパイク回収率測定は、正確さの限定的評価をするために使用される。方法の変動性は、少なくとも 2 つのサンプルと 2 つのスパイクを添加したサンプルの分析に基づく (図 1 参照)。



注: サンプル A, B, C, D は同一の初期製品から取られている。

図 1
データ収集の仕組み

6.1.2 精度測定

6.1.2.1 一般的には、サンプルを複数日にわたって分析し、繰り返し性および再現性を調査する。

6.1.2.2 方法の精度測定は、その方法に適用される主な変動源（サンプル調製、校正および計器性能など）をすべて定義に組み込むことを目標としている。微量金属、微量陰イオンおよび湿性に対する方法の精度評価は、表 2 および表 4 に詳細が記載されている。

表 2 微量金属および微量陰イオンに対するデータ報告要求事項

サンプル A	結果 A
サンプル B	結果 B
平均	結果 A と B の平均
スパイク	スパイクの量は、微量不純物の仕様値の 50% に等しい。あらゆるサンプル調製（例：サンプル希釈、蒸発等）の前にサンプルに添加する。
スパイクサンプル C	結果 C
スパイクサンプル D	結果 D
回収量 1	結果 C－平均
回収%1	(回収量 1 / スパイク) × 100
回収量 2	結果 D－平均
回収%2	(回収量 2 / スパイク) × 100
平均回収%	(回収%1 + 回収%2) / 2
回収%範囲	最大回収%－最小回収%
結果の標準偏差	適用可能な場合、各結果に対する複数測定の標準偏差を報告する。

6.1.2.3 測定繰り返し性はいかにうまく測定を繰り返すかを目標とし、パーセント(%)相対標準偏差（表 2 と 4）として表されるべきである。

6.1.3 干渉チェック

6.1.3.1 方法の妥当性確認中に検討された干渉をすべて列挙する。既知の潜在的干渉についても記載すること。

6.1.4 データ報告要求事項

6.1.4.1 表 2 は図 1 とともに、微量金属、微量陰イオンおよび湿性に対する方法の妥当性確認を裏付けるために最低限必要な、データ構造および分析を表している。表 7 は成分定量で使用する。

表 3 成分に対するデータ報告要求事項

仕様の幅	W = 仕様上限－仕様下限 高純度製品の成分について仕様上限がない場合は、100%を使用する。
プールされた標準偏差	$s_p = \sqrt{s_p^2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (n_i - 1) s_i^2}{\sum_{i=1}^N (n_i - 1)}}$ ここで i^{th} サンプルの $N \geq 1$ 個のグループの現在または過去の $n_i \geq 2$ 個の成分の標準偏差がプールされ、s_i^2 は i^{th} グループのデータの標準偏差の 2 乗である。