

SEMI C20-1101

フッ化アンモニウム 40%溶液の仕様とガイドライン

本仕様とガイドラインは、Global Process Chemicals Committee で技術的に承認されたもので、North American Process Chemicals Committee が直接責任を負うものである。現版は 2001 年 8 月 27 日に North American Regional Standards Committee にて承認された。2001 年 9 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2001 年 11 月発行に至る。本文書は、SEMI C1.3, C7.18, C11.2 を全面改訂したものであり、初版は 1978 年、1995 年、1994 年にそれぞれ発行された。前版は 2001 年 3 月発行。

1 目的

1.1 本文書の目的は、半導体産業で使用されるフッ化アンモニウム溶液 40%に対する要求条件を標準化し、またこれらのスタンダードをサポートする試験手順を標準化することである。試験方法は、統計的に有効な結果を示している。本文書は、フッ化アンモニウム 40%溶液に対して要求が認められたグレードのガイドラインも示す。ガイドラインの場合は、試験方法は統計的に有効となっていない場合がある。

2 範囲

2.1 本文書の範囲は半導体産業で使用されるフッ化アンモニウム溶液 40%の全てのグレードである。

2.2 本純度レベルは 0.8~1.2 μm の寸法をもった半導体デバイスにより一般的に必要なとされる。

2.3 本スタンダードは、その使用に関連した全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、適切な安全及び健康上の作業方法を確立し、また使用前に規制上の制限への適用性を判断するものである。

3 制限

3.1 無し。

4 参考文献

SEMI C1 — Specification for Reagents

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 無し。

6 物質的性質 (情報目的のみ)

密度 (25°C における) 1.11 g/mL

7 要求条件

7.1 グレード 1, VLSIグレード, Tier AとTier Bのフッ化アンモニウムに対する要求条件は表 1 に表示する。

8 グレード 1 手順

8.1 含量 — ポリエチレン計量瓶の中に 3 gのサンプルを正確に計量して入れる。ポリエチレンビーカーに水とともに移し、希釈して 100 mLとする。40 mLの中和されたホルムアルデヒド溶液を加え、15 分間磁気的に掻き混ぜるか又は 30 分間放置する。標準化された 1 Nの水酸化ナトリウムで滴定し微かなピンク色とする。

$$\% \text{含量} = \frac{\text{mL} \times \text{NaOH の } N \times 3.704}{\text{サンプルの重量 (g)}}$$

注 2: 中和されホルムアルデヒド溶液: 37%のホルムアルデヒド溶液 20 mL を 20 mL の水で希釈し、0.1 mL のフェノールフタレイン指示薬溶液を加え、0.1 N の水酸化ナトリウムで滴定し微かなピンク色とする。

8.2 色 — 2.0 mLのプラチナ-コバルトストック溶液 (APHA No. 500)を水で希釈し、100 mLとする。このスタンダード (APHA No.10)とサンプルの 100 mLをNessler管の中で比較する。白いバックグラウンドが垂直に垂れているのを観察する。サンプルはスタンダードよりも暗くしてはならない。

8.3 1%溶液のpH — 2.5 mL (2.8 g)のサンプルを二酸化炭素及びアンモニアを含まない水で 100 mLに希釈する。電極を浸漬した後、pHメーターを使用して 25°CにおけるpHを 1~2 分間測定する。pHレンジ 6.0~7.5 は、元の溶液中にフッ化水素 (HF) を 2%、水酸化アンモニウム (NH_4OH) を 2%しか含まないものに相当する。

8.4 塩化物 — 2.2 mL (2.5 g)のサンプルと 0.5 gのほう酸を含む水 20 mLとを混合する。1 mLの硝酸及び 1 mLの硝酸銀試薬溶液を加え、5 分間放置する。その際生じる混濁は、0.01 mgの塩化物イオン (Cl) がサンプルとして処理される場合に生じる混濁よりも大きくなるべきではない。

8.5 硝酸塩 — 白いプラスチックビーカー内の 2 mLの水に 0.9 mL (1 g) のサンプル, 1 mLの硫酸, 0.05 mL, 0.01 N (0.002 M) の過マンガン酸カリウムを加え, 混合し, 亜硫酸ナトリウム試薬溶液で脱色する。硫酸ブルシン試薬溶液で 50 mLに希釈し混合する。溶液を予熱された (沸騰水) バスの中で 10 分間熱する。アイスバスの中で室温まで急速に冷却する。サンプルの黄色は, 0.01 mgの硝酸イオン (NO_3) がサンプルとして処理される場合に生じる黄色よりも濃くなるべきではない。

8.6 リン酸塩 — プラチナ皿の中の 9 mL (10 g) のサンプルに 1 mLの炭酸ナトリウム試薬溶液と 40 mLの硝酸を加える。撒き散らさないように, 注意深く蒸発させ, 殆ど乾燥させる。冷却し, 皿の側壁を 5 mLの硝酸で洗浄し蒸発させて乾燥する。全てのフッ化物を完全に取り除いたことを保証するために皿に 2 回硝酸で蒸発を繰り返す。冷めた皿に 25 mL, 0.5 Nの硫酸を加え, 残留物を溶解する。もし必要ならば温める。色比較用管に移し 1 mLのモリブデン酸アンモニウム試薬溶液及び 1 mLのp-(メチルアミノ) 硫酸フェノール試薬溶液を加え, 室温で 2 時間放置する。青色は, 0.01 mgの燐酸イオン (PO_4) がサンプルとして処理される場合に生じる青色よりも濃くなるべきではない。

8.7 硫酸塩 — 23 mL (25 g) のサンプルに 10 mLの炭酸ナトリウム試薬溶液を加え, サンプルが揮発するまでゆっくりと熱する。残留物に 5 mLの塩酸を加えフードの中で蒸発させて乾燥する。残留物を 10 mLの水及び 1 mLの塩酸 (1+19) に溶かす。必要に応じ濾過する。1 mLの塩化バリウム試薬溶液を加え, 混合し, 10 分間放置する。発生する混濁は 0.05 mgの硫酸塩イオン (SO_4) がサンプルとして処理されるときに起きる混濁よりも大きくなるべきではない。

8.8 ヒ素及びアンチモン (Asとして) — ふっ素樹脂ビーカー中の 30 mL (33 g) に 20 mLの硝酸及び 5 mLの塩酸を加え, フードの中のサンドバスで蒸発させて乾燥する。フッ化アンモニウムを完全に揮発させるが, 焼いてはならない。10 mLの水及び 5 mLの硫酸を加え, 蒸発させて三酸化硫黄の煙霧を凝縮する。冷却し, 注意深く 10 mLの水を加え, 再び蒸発させて三酸化硫黄の煙霧を凝縮する。35 mLの量を作るために, 発生フラスコを冷やし用心深く洗浄する。“Swirl the flash”で始まる文章でスタートするSEMIC1 の 3.4.5 項少量のヒ素 (及びアンチモン) の測定に対する一般手順, 手順に述べられているように進める。サンプルの銀ジエチルジチオオカーバメイト溶液中の赤色は, 0.001 mgの砒素 (As) を含んでいるスタンダードの赤色よりも濃くなるべきではない。

8.9 微量元素の含有量 — 適切な放射分光写真法によって, その含有量が仕様限度よりも大きくない指定微量元素のそれぞれを測定する (SEMI C1, 3.5 項, 放射分光写真術による微量元素の測定に対するガイドライン)。

9 グレード 2 手順

9.1 本項はこの化学物質には適用されない。

10 グレード 3 手順

10.1 本項はこの化学物質には適用されない。

11 グレード 4 手順

11.1 本項はこの化学物質には適用されない。

12 グレード 5 手順

12.1 本項はこの化学物質には適用されない。

13 VLSIグレード手順

13.1 このグレードに対する特定の手順は存在しない。利用可能な手順について, 8 項と 9 項を参照のこと。

14 Tier Aグレード手順

14.1 示されている純度レベルでの全てのパラメータに対する標準試験方法が開発中である。プロセスケミカル委員会は 75~125%の回収率を示す研究文献があれば試験方法は有効であると考え。回収率は指定レベルの 50%の既知サンプルスパイクに対するものである。

15 Tier Bグレード手順

15.1 示されている純度レベルでの全てのパラメータに対する標準試験方法が開発中である。プロセスケミカル委員会は 75~125%の回収率を示す研究文献があれば試験方法は有効であると考え。回収率は指定レベルの 50%の既知サンプルスパイクに対するものである。

16 Tier Cグレード手順

16.1 本項はこの化学物質には適用されない。

17 Tier Dグレード手順

17.1 本項はこの化学物質には適用されない。