

SEMI C21-0708 水酸化アンモニウムの仕様とガイドライン

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、Liquid Chemicals Global Technical Committee で技術的に承認されている。現版は 2008 年 5 月 13 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2008 年 6 月に www.semi.org で。初版は 1978 年発行、前版は 2001 年 3 月に発行された。

1 目的

1.1 本文書の目的は、半導体産業で使用される水酸化アンモニウム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。テスト方法は、統計的に有効な結果を示している。本文書は、水酸化アンモニウム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、テスト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水酸化アンモニウムのすべてのグレードである。

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。

3 制限

3.1 なし。

4 参照スタンダードおよび文書

4.1 SEMI スタンダード

SEMI C1 — Guide for the Analysis of Liquid Chemicals

4.2 ASTM スタンダード¹

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

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。

5 用語

5.1 なし。

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>

6 物質的性質（情報目的のみ）

分子式	NH ₄ OH
CAS 登録番号	7664-41-7
密度（25℃における）	0.90 g/mL

7 要求条件

7.1 グレード 1, 2, 3, 4, Tier D グレードの水酸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

注 1: 各研究室は、その業務範囲内で、方法の妥当性を確認する責任がある。

8.1 含量 — 約 15 mL の水が入っているガラスストッパー付の小さなフラスコを正確に計量する。ピペットから約 2 mL のサンプルを水の表面近くに注ぎ、直ちにストッパーを閉じ、再計量する。0.1 mL のメチル赤指示薬溶液を加え標準化された 1 N の塩酸で滴定し、黄色から赤への変化を行う。

$$\% \text{含量} = \frac{\text{mL} \times \text{HCl の N} \times 1.703}{\text{サンプルの重量 g}}$$

8.2 外観 — 15 mL のサンプルを 20 × 150 mm 試験管の中に入れ、同様の管の水と比較する。透過光によってコラムの中を観察する。2 つの液体は同じ清浄度であり懸濁物質を含むべきではない。

8.3 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。

8.4 二酸化炭素 — 11 mL (10 g) のサンプルを二酸化炭素を含まない 10 mL の水で希釈し、5 mL の清浄な飽和した水酸化バリウムを加える。その際生じる混濁は、同容量の水酸化バリウム溶液が 0.5 g の無水炭酸ナトリウムを含み二酸化炭素を含まない水 21 mL に加えられたときに生じる混濁よりも大きくなるべきではない。

8.5 塩化物 — 22 mL (20 g) のサンプルに 10 mL の炭酸ナトリウム試薬溶液を加えフードの中の水蒸気バス上で蒸発させて乾燥する。残留物を 10 mL の水に溶かす。1 mL の硝酸を加える。必要ならば、塩化物を含まないフィルタを通して濾過する。水で希釈して 20 mL とし 1 mL の硝酸銀試薬溶液を加える。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。

8.6 リン酸塩 — フードの中の水蒸気バス上で 22 mL (20 g) のサンプルを蒸発させ乾燥する。残留物を約 0.5 N の硫酸 25 mL で溶解する。1 mL のモリブデン酸アンモニウム試薬溶液および 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 のリン酸イオン (PO₄) 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 全硫黄 (SO₄ として) — 56 mL (50 g) のサンプルに 1 mL の炭酸ナトリウム試薬溶液を加え、約 5 mL の量になるまでフードの中の水蒸気バス上で蒸発させる。2 mL の臭素水を加え、完全に蒸発させる。残留物を 10 mL の水および 1 mL の塩酸 (1+19) で溶かす。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 (SO₄) 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 微量金属の分析 — 下記の方法は、下記の微量金属それぞれに対して指定された量で、微量金属の純度を測定するのに満足すべき結果を与えている：アルミニウム (Al)、ボロン (B)、カルシウム (Ca)、クロム (Cr)、銅 (Cu)、鉄 (Fe)、鉛 (Pb)、マグネシウム (Mg)、マンガン (Mn)、ニッケル (Ni)、カリウム (K)、

ナトリウム (Na), スズ (Sn), チタン (Ti), 亜鉛 (Zn)。SEMI C1 の通り適切な方法の妥当性確認が行なわれるならば、代替方法を使用することができる。

注 2: ヒ素 (As) およびアンチモン (Sb) については, § 10.3.1 を参照のこと。

8.8.1 特別な試薬

8.8.1.1 5% マンニトール溶液 — 5 g のマンニトール粉 (A.C.S. 試薬グレード) を計量し, ASTM D5127 のタイプ E1 の基準に適合する水を使用して 100 mL とする。マンニトール微生物の攻撃を受けることがあるので, 汚染に対しては注意深くモニターすべきである。

8.8.1.2 塩酸 (超高純度) — 金属イオンの含有量が極めて低いと指定された塩酸を使用する。

8.8.1.3 2% (v/v) 塩酸溶液 — 20 mL の超高純度塩酸を ASTM D5127 のタイプ E1 の基準に適合する水を使用して, 1 L とする。

8.8.2 サンプル調製

8.8.2.1 クリーンな環境で 250 mL の水性水酸化アンモニウムを PTFE 皿の中に入れる。0.5 mL の新たに調製された 5% マンニトール溶液を加える。約 1 mL の液体が残るまで, 起沸や撒き散らしによるサンプルのロス避けながら, ホットプレート上でゆっくりと蒸発させる。冷やす。1 mL の超高純度, 12 M 塩酸を加える。約 0.5 mL の液体が残るまで熱し続ける。冷やす。漱ぎと希釈のために, 2% (v/v) 塩酸を使用して, 50 mL の容積測定用フラスコへ移す。試薬ブランクを調製する。

8.8.3 分析

8.8.3.1 酸のサンプルおよび試薬ブランクを使用して, 炎原子吸収分光法によりグループ 1 元素を, プラズマ放射分光法により他のすべての元素を分析する。

注 3: 液体残留物の酸濃度が不正確であるので, 最終濃度は約 1%~2% (v/v) であると判断することができる。標準校正溶液はこれと同じ酸濃度を使用すべきである。

9 グレード 2 手順

注 4: 各研究室は, その業務範囲内で, 方法の妥当性を確認する責任がある。

9.1 非金属不純物

9.1.1 以下の試験手順が記載された水酸化アンモニウムの SEMI スタンダード (§ 8) を参照のこと:

- 含量
- 色 (APHA)
- 二酸化炭素

9.2 陰イオン

9.2.1 以下の方法は, 以下の陰イオンそれぞれに対して指定された値の陰イオンの不純物を測定するのに満足すべき結果を与えている: 塩化物 (Cl), リン酸塩 (PO₄), 硝酸塩 (NO₃), 全硫黄 (SO₄)。SEMI C1 の通り適切な方法の妥当性確認が行なわれるならば, 代替方法を使用することができる。

9.2.2 特別な試薬

9.2.2.1 溶離液 — 2.2 mM の炭酸ナトリウム (Na₂CO₃) と 0.75 mM 炭酸水素ナトリウム (NaHCO₃) を ASTM D5127 のタイプ E1.1 の基準に適合する水で調製する。溶離液をヘリウムガスブランケットの下に保存する。

9.2.2.2 再生液 — 0.025 N 硫酸 (H₂SO₄) を ASTM D5127 のタイプ E1.1 の基準に適合する水で調製する。

9.2.2.3 炭酸カリウム溶液 — 試薬グレードの炭酸カリウム (K₂CO₃) 500 mg を含む溶液を, 100 mL の ASTM D5127 のタイプ E1.1 の基準に適合する水で調合する。