

SEMI C25-0306

ジクロロメタン(塩化メチレン)の仕様

本スタンダードは、global Liquid Chemicals Committee で技術的に承認されている。現版は 2005 年 11 月 29 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2006 年 2 月に www.semi.org で、そして 2006 年 3 月に CD-ROM で入手可能となる。初版は 1978 年発行、前版は 1999 年 6 月に発行された。

注意: 本文書は 2006 年全面的に書き換えられた。

1 目的

1.1 本文書の目的は、半導体産業で使用されるジクロロメタン(塩化メチレン)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、ジクロロメタン(塩化メチレン)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ジクロロメタン(塩化メチレン)のすべてのグレードである。

注意: このスタンダードはその使用に関連したすべ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、適切な安全および健康上実施すべき事柄を確立し、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 無し。

4 参照スタンダードおよび文書

SEMI C1 – Guide for the Analysis of Liquid Chemicals

注意: 別途指示のない場合、引用されたすべ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 物理的性質 (情報目的のみ)

6.1 密度 (25°Cにおける) 1.32 g/mL

6.2 沸点 39.8°C

7 要求条件

7.1 グレード 1 のジクロロメタン(塩化メチレン)に対する要求条件は表 1 に示す。

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 – ガスクロマトグラフィ(SEMI C1, ワイドボアカラムガス色層分析法による定量分析に対するガイドライン参照)。引用されているパラメータは満足すべき結果を与えている。

インジェクタ温度:150°C, 検出器:熱伝導, 検出器温度:250°C, サンプルサイズ:0.2 μ L, スプリットレス, キャリアガス:ヘリウム(3mL/min), 保持時間(約:min):ジクロロメタン-6, クロロホルム-11, 四塩化炭素-14。

カラム:DB-1 の 5 μ m フィルムでコートされた 30 m $\times$ 530 μ m I.D.の融解したシリカ毛細管, または同等品(表面をボンドされクロスリンクされた 100%メチルシリコン)。

カラム温度:40°Cで5分間一定に保ち, 10°C/minの率で200°Cまでプログラムする。

8.2 色 - 2.0 mLのプラチナー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。白を背景として垂直方向に観察する。サンプルはスタンダードよりも濃くてはならない。

8.3 酸 - ガラスストップ付フラスコの中の 25 mLの水に 10 mLのサンプルおよび 0.1 mLのフェノールフタレイン指示薬溶液を加える。30 秒間振った後でも僅かなピンク色が存続するまで 0.01Nの水酸化ナトリウムを加える。38 mL(50 g)のサンプルを加え, よく混合し, ピンク色が再現されるまで, 0.01N水酸化ナトリウムで滴定する。せいぜい 1.0 mLの水酸化カリウムが必要である。

8.4 蒸発残分 - 76 mL(100 g)のサンプルを蒸発させ乾燥する。105°Cで 30 分間乾燥し, 乾燥器中で冷却, 重量を計る(SEMI C1, 蒸発残分の測定参照)。

8.5 水分 - 25 mLのメタノールを乾いた滴定フラスコに入れ, 目視によりまたは電位差測定により測定された 30 秒間存続するエンドポイントにKarl Fischer(KF)試薬を加える。サンプルおよびフラスコの中味を湿気から防護するように注意しながら, 76 mL(100 g)のサンプルを加える。勢いよく掻き回しKarl Fischer(KF)試薬で同じエンドポイントを滴定する。

$$\% \text{水分}(\text{H}_2\text{O}) = \frac{\text{mLKf溶液} \times \text{KFファクタ} (\text{gH}_2\text{O/mL}) \times 100}{\text{サンプルの重量 (g)}}$$

8.6 塩化物 - 100 mLの分液漏斗に 30 mL(40g)のサンプルと 40 mLの水を加える。30 秒間よく振ってから 2 つの層に分離させる。サンプル(下の方)層を捨てる。20 mLの水層部分に 1 mLの硝酸および 1 mLの硝酸銀試薬溶液を加える。発生する混濁は, 使用される試薬量を含んでいる溶液と等量の中に 0.01mgの塩化物イオン(Cl)を含んでいるスタンダードの混濁よりも大きくなるべきではない。

8.7 リン酸塩 - 7.5 mL(10 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乾燥する。残留物を 25 mL, 0.5Nの硫酸に溶かす。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る。室温で 2 時間放置する。生じる青色は, 0.01 mgのりん酸塩イオン(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。

8.8 重金属(Pbとして) - 75 mL(100 g)のサンプルをフードの中の水蒸気バス上で蒸発させ乾燥する。残留物を 3 mLの希釈用塩酸(1+1)に溶かし, 水で希釈して 15 mLとする。もし必要ならば, 小フィルタで濾過し蒸発皿およびフィルタを 10 mLの水で洗浄する。水で希釈して 25 mLとする。スタンダード用として, 0.02 mgの鉛イオン(Pb)と 3 mLの希釈用塩酸(1+1)を含む溶液を水で希釈して 25 mLとする。両溶液のpHを, 希釈用水酸化アンモニウム(10% NH_3)または酢酸で 3 と 4 の間に調製し, 水で希釈して 40 mLとする。両溶液にそれぞれ 10 mLの新たに調製した硫化水素水を加え, 比較する。サンプル溶液はスタンダードよりも暗くなるべきではない。

8.9 ヒ素およびアンチモン(Asとして) - 400 mLビーカー中の 152 mL(200 g)のサンプルをフードの中で蒸発させて少量にする。50 mLの水を加えて再び蒸発させ少量にする。水を追加して蒸発を繰り返す。乾燥させないこと。5 mLの硝酸および 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。冷却し, 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 flask”で始まる文章でスタートするSEMI C1 少量のヒ素(およびアンチモン)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。サンプルの銀炭酸ジエチルジチオン溶液中の赤色は, 0.002 mgのヒ素(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。

8.10 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), ヒ素およびアンチモン(Asとして), バリウム(Ba), ボロン(B), カドミウム(Cd), カルシウム(Ca), クロム(Cr), 銅(Cu), 鉄(Fe), 鉛(Pb), リチウム(Li), マグネ