

SEMI C26-0306

ヘキサメチルジシラザン(HMDS)の仕様とガイドライン

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 1983 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ヘキサメチルジシラザ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、ヘキサメチルジシラザン(HMDS)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ヘキサメチルジシラザンの全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) 0.77 g/mL

6.2 沸点 126°C

7 要求条件

7.1 グレード 1 と Tier A のヘキサメチルジシラザンに対する要求条件は表 1 に示す。

8 グレード 1 手順

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)によりサンプルを分析する。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: 200°C, 検出器: 熱伝導, 検出器温度: 300°C, サンプルサイズ: 0.4 µL, キャリアガス: ヘリウム(8mL/min), 保持時間(約: min): ヘキサメチルエチルジシラザン — 14.3

注: SEMI による書面での了承なき場合は、本書の全部もしくは一部の転載を禁じる。

©Semiconductor Equipment and Materials International (<http://www.semi.org/>)

©SEMI ジャパン 〒102-0074 東京都千代田区九段南 4-7-15

カラム：DB-1 の $5\mu\text{m}$ フィルムでコートされた、 $30\text{ m}\times 530\mu\text{m}$ I.D.の融解したシリカ毛细管、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 2 分間一定に保ち、 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の率で 220°C までプログラムし、10 分間一定に保つ。

8.2 トレイリング不純物 — 定量分析(8.1 項)において開発された色層列を使用する。1.0 として取りあげられたヘキサメチルジシラザンに対する相対的持続時間をもって、1.3～4.0 の相対的持続時間をもつトレイリング不純物に対する統合領域百分率を確立する。そのようなトレイリング不純物の合計は 0.1%を超えるべきではない。

8.3 外観 — 15 mL のサンプルを $20\times 150\text{ mm}$ の試験管に入れ、同様な管に入っている水と比較する。透過光によってカラムを観察するとき、2 つの液体は同じように清浄であり、懸濁物質が存在すべきではない。

8.4 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。

8.5 蒸発残分 — 130 mL (100 g) のサンプルをフードの中で蒸発させ乾燥する。 105°C で 1 時間乾燥し、乾燥器中で冷却、重量を計る (SEMI C1, 蒸発残分の測定参照)。

8.6 紫外線吸光度 — 紫外線を吸光する不純物 (特にトルエン) の存在を測定するには、全ての HMDS 電子グレードの材料に紫外線スキャンが行われる。

8.6.1 装置 — Bausch and Lomb Spectronic 2000 Spectrophotometer またはその他の 270 nm で計測可能なダブル・ビーム装置。セル・パス長 1 cm。

8.6.2 試薬 — FC-113 およびメタノールが紫外線セルの洗浄に使用される。

8.6.3 手順 — 水をリファレンスおよびサンプル・セルとして使用し、ベース・ラインを 300 と 270 nm の間に設定する。サンプル・パスから水のサンプルを取り除き、HMDS サンプルと置き換える。300 nm と 270 nm 間の吸光度を読む。270 nm での吸光度は、0.07 から 0.25 と読めなければならない。

注 1: 紫外線吸光度には酸素が影響する。

注 2: サンプルの温度は一定でなければならない。

注 3: 紫外線吸光度は、時間とともに増減する。

注 4: HMDS は可燃性および腐食性がある。

8.7 塩化物 — 500 mL の分液漏斗に 260 mL (200 g) のサンプル、20 mL の水、および 1 mL の水酸化ナトリウム試薬溶液を加える。30 秒間よく振り、2 層を分離させる。250 mL のビーカーの中に、水様性 (下層) の層を注意深く流し出す。5 回抽出を繰り返し、6 つの水様性抽出物を一つに合わせる。液を酸性にするため、2 mL の硝酸を加え、磁気攪拌器用のビーカーを準備する。

8.7.1 銀ビレット電極 (Beckman # 89261, Corning #476065 または相当品) に適合した pH メーターと、銀/塩化銀参照電極を用いて、mL 示数に対する見かけの pH を測定する。一方、連続的に攪拌したサンプル溶液に 0.01 M のメタノールを加えた、硝酸銀溶液で滴定する。硝酸銀溶液を 10 mL のビュレットから 0.1～0.2 mL 増分を加える。全ブランクを調製する。滴定データを直線グラフ用紙にプロットするか、または 2 次微分法を使って終点を確立する。

$$\text{ppm 塩化物 (Cl)} = \frac{(\text{mL サンプル} - \text{mL ブランク}) \times \text{AgNO}_3 \text{ の } M \times 35.460}{\text{サンプル重量 (g)}}$$

8.7.2 メタノール溶液中の標準硝酸銀 — 1.700 グラムの硝酸銀を無水メタノールに溶かし、1000 mL に希釈する。この溶液を茶褐色のびんに貯蔵し、上述の 2 次微分法を用いて、標準塩化ナトリウム (NaCl) に対して使用前直ちに標準化する。