

SEMI C3.24-0301

六フッ化硫黄(SF₆), シリンダ充填, 品質 99.97% (仕様)

本仕様は、Global Gases Committee で技術的に承認されたもので、North American Gases Committee が直接責任を負うものである。現版は 2000 年 11 月 22 日に North America Regional Standards Committee にて承認された。2001 年 1 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2001 年 1 月発行に至る。初版は 1984 年発行、前版は 1995 年発行。

1 概要

六フッ化硫黄は、無色、無臭である。不燃性で低毒性を有する。蒸気圧の液化ガスとして輸送される。

2 仕様

品質:99.97%

不純物	最大許容レベル(ppm)*
空気	100
四フッ化炭素(CF ₄)	100
フッ化水素(HF)	1
水(H ₂ O) (mol/mol)	8
上記全不純物	209

* 有効数字の分析は考慮されていない。有効数字は与えられた手順の分析の正確度と精度度とに基づくものとなる。

3 物理的定数 (情報目的のみ)

	メートル単位	US 単位
分子量	146.054	146.054
沸点 (1 気圧における)	-63.7°C	-82.7°F
ガス密度 (20°C (68°F), 1 気圧における)	6.162 kg/m ³	0.385 lb/ft ³
ガス比重 (21.1°C (70°F), 1 気圧, 空気=1)	5.114	5.114
液体密度 (-50°C における)	1910.0 kg/m ³	119.2 lb/ft ³

4 分析手順 (注 1, 2, 3 参照)

4.1 空気及び四フッ化炭素 — この手順は、熱伝導検出器を持ったガス色層分析装置を使用して、空気及び四フッ化炭素を測定するためのものである。

4.1.1 検出限度 — 1 ppm (モル/モル)

4.1.2 器具パラメータ

4.1.2.1 カラム: 2.4 m (8 ft.) × 6.4 mm (1/4 in.) OD, 5.1 mm (0.201 in.) ID, Porapak Q (80/100 メッシュ) を詰めたステンレススチール管、又は同等品

4.1.2.2 キャリアフロー — 30 mL/min ヘリウム

4.1.2.3 サンプル量: 1 mL

4.1.2.4 温度

検出器 110°C
カラム 70°C

4.1.3 校正スタンダード — 90~100 ppm (モル/モル) 四フッ化炭素, 90~110 ppm (モル/モル) 空気 (ON ブレンド), バランスヘリウム

4.1.4 操作手順

4.1.4.1 校正スタンダードを注入する。上記の状態を用いてスタンダードを分析する。保持時間及びピークエリアを記録する。

4.1.4.2 校正スタンダードと同じような方法でテストされるべきサンプルを注入する。保持時間及びピークエリアを記録する。

4.1.4.3 ステップ 4.1.4.1 を繰り返す。

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 健和ビル 7 階

4.1.4.4 空気と四フッ化炭素の濃度を下記の公式を使用して計算する。その結果はこのスタンダードの 2 項にある仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{サンプルピークエリア}}{\text{スタンダードピークエリア}} \times \text{スタンダードの濃度} = \text{サンプルの濃度}$$

4.2 フッ化水素 — この手順は、希釈炭酸ナトリウム (NaHCO_3) 中の量的採集によりフッ化水素を測定するための手順、及び引き続き行われるイオン色層分析装置による分析のための手順である。

4.2.1 検出限度 — 0.1 ppm

4.2.2 必要な装置

500 mL Greenburgh インピンジャー
50 mL クラス A ピペット
タイプ 316 ステンレススチール授受システム
5" 過フッ化炭化水素管, 1/4 in. OD $\times$ 0.03 in. 内壁
試薬 Grad 重炭酸ナトリウム
脱イオン水
50 mL 高密度ポリエチレン瓶
種々なクラス A 容積測定用フラスコ
イオン色層分析装置
下記を分離する陰イオンカラム:
 F^- Cl^- Br^- SO_4^{2-} PO_4^{3-}

4.2.3 イオン色層分析装置パラメータ

装置: Dionex2000 (又は同等品)
インテグレータ: Dionex4270 (又は同等品)
カラム: HDIC AS4A (又は同等品)
溶離剤: 0.001 M Na_2CO_3 + 0.001 M NaHCO_3
流量率: 2 mL/min
圧力: 960 psia
検出器: 3.0 μS (10 ppm 未満に対して)
サンプル: 100 μL

4.2.4 校正スタンダード — 脱イオン水の中に検量されたフッ化アンモニウム (NH_4F) を溶解し、引き続きそれをクラス A 容積測定用フラスコの中で、1.0 ppmw のフッ化物濃度まで希釈し、器具製造者により指定されたように分析することにより、イオン色層分析装置を校正する。

4.2.5 操作手順

4.2.5.1 脱イオン水を用いて 1.7 mM の重炭酸ナトリウムの新鮮な溶液を作る。

4.2.5.2 500 mL Greenburgh インピンジャーの中に 200 mL の溶液をピペットする。

4.2.5.3 図 1 に示された授受システムを使用して、約 20 L の六フッ化硫黄 (SF_6) を溶液中に泡立たせる。

4.2.5.4 器具製造者によって指定されたように溶液を分析する。

4.2.6 計算

下記公式を使用してフッ化水素の濃度を計算する。

$$\text{ppmv HFg} = \frac{(\text{F}^- \text{ ppmw}) \times \text{Vg}}{19.00 \times \text{mg}}$$

ここで

F⁻ ppm = トラップされる溶液中のフッ化物濃度
Vg = 採集溶液 (mL) の容積
mg = 採集溶液中を泡立たせた SF_6 のモル
19.00 = F の分子量

その結果はこのスタンダードの 2 項にある仕様を超えてはならない。

4.3 水 — この手順は、連続流圧式湿度計を使用して、六フッ化硫黄中における微量湿気 (水) を測定するためのものである。(注 4, 5 参照)

4.3.1 検出限度 — 1.0 ppm (vol/vol) 又は -76°C (-105°F)

4.3.2 サンプル圧力及びフロー — 器具製造者の指示に従って設定する。

4.3.3 動作チェック — 器具が正しい動作をしているか周期的にチェックする。既知量の湿気を含んだガスを器具内に通すべきである。湿度計とスタンダード間の一致はそれらの相対精度内であるべきである。

4.3.4 操作手順

4.3.4.1 周囲の湿気に曝された後にパージされて乾燥した清潔で電解研磨されたか又は不動態化したステンレススチールラインを使用して、六フッ化硫黄の連続流サンプルを得る。

4.3.4.2 乾燥ガスで予備パージの後、安定した読みが得られるまで、サンプルガスをサンプリングシステムの中及び湿度計の中に流す。その結果はこのスタンダードの 2 項にある仕様を越えてはならない。

4.4 注意

注 1: 所要精度に到達するために、所要回数の計算基準を導入する。

注 2: 他に規定がなければ、サンプルの分析に使用される全てのガスは、関連成分の指定量の 10% を超えて含有すべきではない。

注 3: 六フッ化硫黄 (SF_6) の取扱及び処理に対し、適切な安全手順を遵守する。

注 4: サンプリングシステム及び湿気計はサンプル圧力のもとで稼働するように設計されなければならないか又は、サン