

SEMI C3.27-1102

三フッ化ホウ素(BF₃), シリンダ充填, 品質 99.0%(仕様)

本スタンダードは、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、2002 年 7 月 21 日に North American Regional Standards Committee にて承認されている。2002 年 10 月にまず www.semi.org で入手可能となり、2002 年 7 月発行に至る。初版は 1984 年発行、前版は 1994 年発行。

1 目的

1.1 本文書の目的は、半導体産業で使用されるジシラン(Si₂H₆)の仕様を提供することである。

2 範囲

2.1 本文書は半導体産業で使用されるジシラン(Si₂H₆)に対する要求事項を対象とする。

2.2 分析方法が未完成の場合は、要求事項はガイドラインとして提示される。

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 概要

3.1 三フッ化ホウ素は無色のガスである。湿った空气中で発煙し、刺激臭を有する。三フッ化ホウ素は不燃性で支燃性でない。

4 参照スタンダード

4.1 SEMI スタンダード

SEMI C1 — Specifications for Reagents

SEMI C3 — Specifications for Gases

5 用語

5.1 本スタンダードに適用される用語は、SEMI C3 に定義されている。

6 仕様

品質:99.0%

不純物	最大許容レベル(ppm)*
不水溶性ガス	0.94%
パーティクル	**
四フッ化ケイ素(SiF ₄)	200
二酸化硫黄(SO ₂)	21
全硫酸塩(SO ₄ ⁻²)	7
全不純物	9628

* 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的正確度と精度に基づくものとなる。

** サプライヤとユーザの間で決定されるべきものである。

7 物理的定数（情報目的のみ）

	メートル単位	US 単位
分子量	67.81	67.81
沸点 (1 気圧)	-100.4°C	-149.0°F
ガス密度 70°C (21.1°F), 1 気圧	3.076 g/L	0.192 lb/ft ³
比重	2.7	2.7
臨界圧力	49.2 atm	723 psia
臨界温度	-12.25°C	9.95°F

8 分析手順

8.1 サンプルング手順 — 三フッ化ホウ素は、水溶性ガス用と非水溶性ガス用を別々にサンプルする。水溶性成分を、砕いた氷を含んでいるプラスチック製びんに集める。氷がとけた後、溶液の計量した液の一部を個々の測定のために取る。水溶性成分を修正したガス捕集管内に集める。

8.1.1 装置

8.1.1.1 天秤, 1000 g 容量, 0.01 g までの計量が可能なもの

8.1.1.2 ポリエチレンびん (広口, 1 リットル) キャップ付き

8.1.1.3 Tygon[®] 管, 6 mm (1/4 in.)

8.1.1.4 PTFE 管, 6 mm (1/4 in.)

8.1.1.5 ステンレス鋼のニードルをもったニードルバルブ, スチールブッシングおよびスチール製ガスシリンダ接続をもったスチールカップリングからなるバルブアセンブリ: ガス放出系は, バルブから 61 cm の Tygon 供給配管まで通じるスチール管を持ったスチールスリーブから構成される。供給管は一時的な接続であって, 必要に応じて取り換えられる (図 1 参照)。

8.1.1.6 トラップ: 2 つ孔ネオプレンストッパーを持った 1 リットルポリエチレンびんと 1 インチ以上ストッパーの下に延長していない 1/4 インチ PTFE 管の 2 本の 4 インチ短管。Tygon 供給管をストッパー (トラップへの入口) 内の PTFE 管の一つに付ける。61 cm 長さの Tygon 配管をストッパー (トラップからの出口) 内の PTFE 管の第二の短管に付ける。トラップをクランプとリングスタンドで支持する。

8.1.1.7 修正ガス捕集管 (図 2 参照): 250 mL パイレックス製サンプルング管 (一端に目盛り付きのスケールを持った)。

8.1.2 試薬

8.1.2.1 蒸留水で作った氷, 砕いたもの。

8.1.2.2 窒素, 乾燥; 水分 35 ppm, またはそれ以下

8.1.3 操作手順 — 非水溶性成分

注意: 全ての作業はフード内で実行すること。

8.1.3.1 蒸留水で洗浄し, アセトンでリンスし, それからエアオープン中 100~125°C で乾燥することによりガス捕集管を準備する。乾燥窒素で, 約 1 分間フラッシュする。乾燥窒素を詰めるのをやめる。ストップコックを閉じる。

8.1.3.2 テストするべきシリンダに, ニードルバルブアセンブリ装置を接続する。

8.1.3.3 乾燥 Tygon 配管の短管で, ガス捕集管をバルブニップルに取り付ける。

8.1.3.4 シリンダバルブを開け, ガス捕集管のストップコックを開け, ニードルバルブを非常に注意深く開ける。

8.1.3.5 BF₃ ガスのゆっくりした流れでもって, 管を 5 分間パージする。

8.1.3.6 ニードルバルブを閉じる, ガス捕集管ストップコックを閉じる, それからシリンダバルブを閉じる。

8.1.3.7 ガス捕集管をバルブニップルから外した後, 分析を始める。

8.1.4 操作手順 — 水溶性成分

注意: 全ての作業はフードの中で実行すること

8.1.4.1 Tygon 供給管を取り付ける前に, シリンダからの三フッ化ホウ素のゆっくりした流れで, 1 分間サンプルングバルブシステムをパージする。パージするとき, 管の短管を使用する。

8.1.4.2 キャップ付きの空の 1 L のポリエチレンびんを, 0.01 g まで計量する。この重量を A として記録する。

8.1.4.3 びんを約 400 g の砕いた蒸留水で作った氷で満たす。キャップ付きびんを 0.01 g まで再計量する。重量 B として記録する。

8.1.4.4 サンプルングラインはシリンダからの BF₃ ガスをサンプルびんに移送するのに使用する。

8.1.4.5 Tygon供給管をサンプルバルブ装置からトラップまで接続する。トラップ出口からのTygon管を支持する;それからニードルバルブを開け、BF₃の安定した流れが得られるまで調節する。このTygon配管(トラップ出口からの)をポリエチレンのサンプルびんに挿入する。そしてびんの底の方に伸ばして下げる。ほとんどの氷が溶けるまでBF₃を氷の中に注意深く導入し、ニードルバルブを閉じ、そしてTygon配管を取り外す。サンプルびんを外し、キャップをする。びんを再計量し、キャップと内容物を0.01 gまで計量する。この重量をCとして記録する。

8.1.4.6 全ての氷が溶けるまで、注意深く反転しながら完全に混合し、そして液体が少しもロスしないようにプラスチックびんの密閉を確実にする。

8.1.4.7 水溶性成分の測定を始める。びんを繰り返し開けることは、かなりの二酸化硫黄のロスをもたらすので、二酸化硫黄を最初に確実に測定する。

8.1.4.8 サンプルサイズのための計算

B – A = 氷(H₂O)のグラム

C – A = 溶液(BF₃溶液)の重量

C – B = 水溶性材料(BF₃ガスのグラム)の重量

$$\frac{\text{BF}_3\text{のグラム}}{\text{溶液のグラム}} = \frac{C-B}{C-A} = F$$

方法に必要なBF₃グラム

F

=方法に必要なグラム溶液

8.2 空気 – 本手順は三フッ化ホウ素ガス中の不溶性のガスの定量について述べる。既知の容積の三フッ化ホウ素ガスを塩化ナトリウム溶液に吸収させ、それから残っているどんな不溶性ガスも測定し、空気%として計算する。

8.2.1 方法の能力 – この方法の測定の範囲(レンジ)は、0.005%から2.3%である。

8.2.2 装置

8.2.2.1 この修正されたガス捕集管を図 2, 4.1.1.7 節に示す。

8.2.2.2 分液漏斗, 2000 mLパイレックス製(61 cmのTygon[®]配管と、ストップコックの先端に付けられたクランプを持つ)。

8.2.2.3 Tygon配管, 1/4 インチ

8.2.2.4 天秤, 1000 gから0.01 gまで測定可能。

8.2.3 試薬 – 使用される全ての試薬はもし他に指示がなければ、試薬グレードである。

8.2.3.1 水 – 試薬の調製と手順中に使われる水は、どちらも蒸留水もしくは脱イオン水である。

8.2.3.2 塩化ナトリウム溶液。300 gの塩化ナトリウムを1リットルの水に溶解する。

8.2.4 校正 – ガス捕集管

8.2.4.1 ガラス捕集管を0.1 gまで計量し、それから目盛を刻んだステムを上向きにリングスタンド上にしっかりと固定する。

8.2.4.2 管を蒸留水で満たし、室温に達するまで上部のストップコックを開ける。

8.2.4.3 室温を0.01°Cまで記録する: 温度 – °C

8.2.4.4 上部のストップコックを閉める。ステム外側の両方をドレインし、乾燥する。水を満たした捕集管を0.1 gまで計量する; 重量 – B

8.2.4.5 グラムで表した管中の水の正味重量(A – B)は、各温度°Cで水の密度に対して補正されたミリメートルで表した管の容積に等しい。下記に従って容積を決める。

$$\text{容積 (mL)} = \frac{(B-A)}{D-E}$$

ここで D は各温度°Cにおける水の密度(g/mL)を表す。

表 1 水の温度 T°C と密度の関係

温度(°C)	密度(g/mL)
20	0.99823
21	0.99802
22	780
23	756
24	732
25	0.99707
26	681
27	654
28	626
29	597
30	567

8.2.5 手順

8.2.5.1 ガス捕集管の中にBF₃ガスのサンプルを入れる。4.1.3 節にその詳細を記述している。

8.2.5.2 分液漏斗を塩化ナトリウムで満たす。Tygon配管と漏斗のためのクランプ鉤を取付ける。

8.2.5.3 小さなドロPPERでもって、ガス捕集管の目盛りを刻んだ端の反対側のストップコックに通じているガ