

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 C3.32-1109

塩素(Cl₂), 品質 99.996%の仕様

本スタンダードは、global Gases Committee で技術的に承認されている。現版は 2009 年 9 月 4 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2009 年 10 月に www.semi.org で、そして 2009 年 11 月に CD-ROM で入手可能となる。初版は 1987 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塩素(Cl₂)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、塩素に対する要求事項を対象とする。

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 参照スタンダードおよび文書

3.1 なし。

4 概要

4.1 ガス状塩素は緑黄色で空気より約 2.5 倍重い。塩素は不快な刺激臭を有する。

5 仕様

5.1 品質:99.996%

不純物	最大許容レベル (ppm) ^{注1}
二酸化炭素 (CO ₂)	10
一酸化炭素 (CO)	1
炭化水素 (C ₁ - C ₂)	1
窒素 (N ₂)	20
酸素 (O ₂)	4
水 (H ₂ O) (v/v)	(参照 ^{注2})
上記全不純物 (クロム, 鉄, ニッケル, ナトリウムを除く)	36
クロム (Cr)	0.2 wt, 液相
鉄 (Fe)	0.2 wt, 液相
ニッケル	0.2 wt, 液相
ナトリウム	1 wt, 液相

注 1: 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。

注 2: Cl₂ 中に H₂O として残るかあるいは他の種に反応するかは知られていない。この理由から、H₂O の定量データの解釈は疑わしい。テストと受け入れ基準を、サプライヤとユーザの間で決めねばならない。可能な方法は;a)フーリエ変換赤外線分光法 (FTIR), 質量分光法, またはガスクロマトグラフィ;b)P₂O₅ セル (H₂O 等量として報告された) 中の電解による定量;c)FTIR による H₂O の定量である。

6 物理的定数（情報目的のみ）

	メートル単位	米国単位
化学式	Cl ₂	Cl ₂
CAS 登録番号	7782-50-5	7782-50-5
分子量	70.9	70.9
沸点 (1 気圧における)	-34.05°C	-29.3°F
ガス密度 (20°C (68°F), 1 気圧における)	2.980 kg/m ³	0.1860 lb/ft ³
比重	2.473	2.473
液体密度 (-118°C (180.8°F) における)	1574.8 kg/m ³	98.26 lb/ft ³

7 分析手順

7.1 一酸化炭素, 二酸化炭素, および炭化水素 (CH₄, C₂H₂, C₂H₄, C₂H₆) — 本手順は塩素中の一酸化炭素, 二酸化炭素, および C₁–C₂ 炭化水素の定量のためのものである。気相と炎イオン化検出器/メタナイザの組合せを持ったガスクロマトグラフィを用いて, サンプルを分析すべきである (図 1 および注 1, 2 および 3 参照)。

7.1.1 検出限界 — 0.1 ppm (モル/モル)

7.1.2 測定器パラメータ

7.1.2.1 注入バルブ — 10 ポート耐食性

7.1.2.2 サンプル量 — 2 mL

7.1.2.3 カラム

- カラム 1 — Porapak™ P, 3.1 m (10 ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) OD ステンレス鋼もしくは相当品。
- カラム 2 — Porapak™ P, 3.1 m (10 ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) OD ステンレス鋼もしくは相当品。

7.1.2.4 キャリアフロー — 20 mL/min 窒素

7.1.2.5 カラム温度 — 40°C

7.1.2.6 空気と水素圧力および流量 — 測定器製造者により指定されたものに従う。

7.1.3 校正標準溶液 — 1~5 ppm (mole/mole) 窒素中の各成分

7.1.4 操作手順

7.1.4.1 10 ポートバルブをサンプルロード位置に置く。

7.1.4.2 メタナイザのヒーター電源を入れ, 水素フローを作る。装置を操作温度 (製造者により指定された) まで加熱する。

7.1.4.3 空気フローを確立し, 製造者の測定器説明書に従って, バーナーに点火する。システムを 15 分間安定化する。

7.1.4.4 最初のカラムからエタンが溶出して, 第二のカラムに吸収され, 塩素がベントできるようになる時間を測定する。エタン校正標準溶液を注入し, ロード位置にバルブを戻すことなしに, 得られたエタンの保持時間を記録する。この時間に 0.6 を乗ずる。結果は, 注入バルブがロード位置に戻され, 塩素をベントするためにバックフラッシュするときの分析中の時間となる。エタン校正標準溶液の注入を繰り返し, エタンが第 2 のカラム上に溶出できるように, 十分な時間が経過することを確実にするため, バックフラッシュを含める。

7.1.4.5 バックフラッシュテクニックを用いて残りの標準溶液を注入する。保持時間と, ピークエリアを記録する。

7.1.4.6 テストすべき塩素サンプルを 7.1.4.5 の場合と全く同じように分析する。目的の不純物のピークエリアが 5% 以内になるまで, サンプルの注入を繰り返す。

7.1.4.7 校正標準溶液の各々を7.1.4.5におけるように再び分析する。

7.1.4.8 校正標準溶液の平均ピークエリアをテストしている塩素サンプルの平均ピークエリアと比較する。下記の式を用いて、各不純物の濃度を計算する。結果は本スタンダードの § 5 の仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{サンプルピークエリア}}{\text{スタンダードピークエリア}} \times \text{スタンダードの濃度} = \text{サンプルの濃度} \quad (1)$$

7.2 酸素および窒素 — 本手順は塩素中の酸素および窒素の定量的ためのものである。サンプルは気相で、熱伝導検出器を持ったガスクロマトグラフィを使用して分析するべきである(図 2 および注 1 および 2 参照)。

7.2.1 検出限界 — 2 ppm(v/v) 酸素, 5 ppm(v/v) の窒素。

7.2.2 測定器パラメータ

7.2.2.1 注入バルブ — 10 ポート耐食性

7.2.2.2 サンプル量 — 2 mL。

7.2.2.3 カラム

- カラム 1 — Porapak™ Q, 1.8 m (6 ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) OD ステンレス鋼もしくは相当品。
- カラム 2 — モレキュラーシーブ 13X, 3.1 m (10ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) OD ステンレス鋼もしくは相当品。

7.2.2.4 キャリアフロー — 20 mL/min ヘリウム

7.2.2.5 温度

- カラム — 30°C
- 検出器 — 50°C

7.2.3 校正標準溶液 — 10~40 ppm(v/v) ヘリウム中の各成分。

7.2.4 操作手順

7.2.4.1 10 ポートバルブをサンプルロード位置におく。

7.2.4.2 標準溶液を注入し, 1 分間待ち, それから酸素と窒素を分析カラムに通している間, ベントするための主要ガスをバックフラッシュするために, バルブをサンプルロード位置に戻す。保持時間とピークエリアを記録する。

7.2.4.3 少なくとも 3 回標準溶液を注入する。指定の不純物に対するすべてのピークエリアが 5%以内で一致しなければならない。

7.2.4.4 テストするべき塩素サンプルを7.2.4.2 および7.2.4.3 と全く同じように注入する。保持時間とピークエリアを記録する。

7.2.4.5 7.2.4.2と7.2.4.3を繰り返す。

7.2.4.6 校正標準溶液の平均ピークエリアを, テストされている塩素サンプルの平均ピークエリアと比較する。下記の式を用いて, 酸素と窒素の濃度を計算する。結果は, 本スタンダードの § 5 の仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{サンプルピークエリア}}{\text{スタンダードピークエリア}} \times \text{スタンダードの濃度} = \text{サンプルの濃度} \quad (2)$$

7.3 微量元素 — 本手順は, 誘導結合型プラズマ質量分光法 (ICS-MS) を用いて, 液体塩素中の微量元素の定量的指示を与える(注 4 参照)。

7.3.1 検出限界 — (注 4 参照)

7.3.2 測定器パラメータ — (注 4 参照)