

SEMI C3.6-0701

ホスフィン(PH₃), シリンダ充填, 品質 99.98% (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 2001 年 4 月 30 日に North American Regional Standards Committee にて承認された。2001 年 5 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2001 年 7 月発行に至る。初版は 1981 年発行。前版は 1995 年発行。

1 概要

ホスフィン、腐敗した魚の臭をもった猛毒、可燃性、無色のガスである。高濃度の場合には自然発火する。それは固有の気体圧のもとでスチールシリンダに充填されて液体として出荷される。

2 仕様

品質:99.98%

不純物	最大許容レベル(ppm)*
アルゴン (Ar)	10
二酸化炭素 (CO ₂)	10
重金属	**
水素 (H ₂)	100
窒素 (N ₂)	50
酸素 (O ₂)	5
パーティクル	**
メタンとして表される炭化水素 (C ₁ -C ₂)	4
水 (H ₂ O) (v/v)	1
上記全不純物	181

* 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密度に基づくものとなる。

** サプライヤとユーザ間で決定されるものである。

3 物理的定数 (情報目的のみ)

	メートル単位	US 単位
分子量	33.997	33.997
沸点 (1 気圧における)	-87.7°C	-125.9°F
ガス密度 (25°C (77°F), 1 気圧における)	1.402 kg/m ³	0.0875 lb/ft ³
ガスの比重 (21.1°C (70°F), 1 気圧, 空気=1)	1.146	1.146
沸点における液体密度	744.0 kg/m ³	46.45 lb/ft ³

4 分析手順

4.1 一酸化炭素, 二酸化炭素, および炭化水素 (メタンとして表示) — 本手順は、メタナイザと炎イオン化検出器を持った、ガスクロマトグラフィを用いて、ホスフィン中の一酸化炭素, 二酸化炭素, および炭化水素を分析するためのものである (注 1 と図 1 参照)。

4.1.1 検出限界 — 各不純物に対し 0.1 ppm

4.1.2 測定器パラメータ

4.1.2.1 カラム — Porapak QS, 3.5 m (12 ft.) × 3.2 mm (1.8") 外径 × 2.2 mm (0.085 in.) 内径で、ステンレス鋼または相当品。

4.1.2.2 キャリアフロー — 35 mL/minヘリウム

4.1.2.3 サポートガス

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

水素: 30 mL/min をカラム出口およびメタナイザ入口の間にキャリアガスに加える。

空気: 500 mL/min

4.1.2.4 温度

検出器	110°C
注入器	40°C
オープン	40°C
メタナイザ	370~400°C

4.1.2.5 サンプル量 — 3 mL。

4.1.3 校正スタンダード — 1~10 ppm各:一酸化炭素, 二酸化炭素, メタン, エタン*, エチレン*, およびアセチレン*, バランスヘリウム。*これら成分は参照のみ。

4.1.4 操作手順

4.1.4.1 ガスサンプリングバルブを使いながら, 校正スタンダードをカラムに注入する。保持時間とピーク面積を記録する。溶出の順序は, 一酸化炭素, メタン, 二酸化炭素, アセチレン, エチレンである。

4.1.4.2 校正スタンダードにおけると全く同じ方法で, テストされるべきサンプルを注入する。エチレンピークの後に, ホスフィンベントする。保持時間とピーク面積を記録する。

4.1.4.3 4.1.4.1を繰り返す。

4.1.4.4 濃度の計算

4.1.4.4.1 一酸化炭素および二酸化炭素 — 校正スタンダードの平均ピーク面積をテストしているホスフィンサンプルのピーク面積と比較する。下記の式を使用して各不純物濃度を計算する。結果は本スタンダードの2節に掲げた仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{サンプルのピーク面積}}{\text{スタンダードピーク面積}} \times \text{スタンダードの濃度} = \text{サンプルの濃度}$$

4.1.4.4.2 メタンとして表される全炭化水素 (C₁–C₂) — 校正スタンダード中のメタンのピーク面積をホスフィン中に検出される炭化水素の面積の総和と比較する。下記の式を用いて全炭化水素の濃度を計算する。結果は本スタンダードの2項の仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{検出される全炭化水素の総面積の総和}}{\text{メタンに対する標準ピーク面積}} \times \text{スタンダード中のメタン濃度} = \text{サンプルの THC濃度}$$

4.2 水素, 窒素と, 酸素+アルゴン, アルシン — 本手順は, 放電イオン化検出器によるガスクロマトグラフィを用いたホスフィン中の水素, 窒素と, 酸素+アル

ゴン, アルシンを分析するためのものである(注2と図2参照)。

4.2.1 検出限界 — 100 ppb (mol/mol) の水素, 100 ppb (mol/mol) の酸素+Ar, 500 ppb (mol/mol) の窒素, 5 ppm (mol/mol) アルシン。

4.2.2 測定機器パラメータ

4.2.2.1 カラム:

カラム1: Porapak QS, 2.5 m (8 ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) OD × 2.2 mm (0.085 in.) ID ステンレス鋼または相当品

カラム2: モレキュラーシーブ 5A, 3 m (10 ft.) × 3.2 mm (1/8 in.) OD × 2.2 mm (0.085 in.) ID ステンレス鋼または相当品

4.2.2.2 キャリアフロー — 25 mL/minヘリウム

4.2.2.3 温度

検出器	10°C
注入器	30°C
オープン	40°C

4.2.2.4 サンプル量 — 1 mL。

4.2.3 校正スタンダード — 5~50 ppm (mol/mol) 窒素, 1~10 ppm (mol/mol) 酸素, 1~10 ppm (mol/mol) アルゴン, 10~100 ppm (mol/mol) 水素, 5~10 ppm (mol/mol) アルシン, バランスヘリウム。

4.2.4 操作手順

4.2.4.1 切替え時間の決定: 上記 4.2.3 に校正サンプルを注入し, 水素ピークが検出器Bを通して現れたときの時間を書き留める。そのときにバルブ1を切替えることにより, 検出器Aによってアルシンピークを, 検出器Bによって水素, 酸素+アルゴン, および窒素ピークを得る。

4.2.4.2 校正スタンダードを, 同じガスバルブを使ってカラムに注入する。4.2.4.1 項に決められたときに切替え, 保持時間とピーク面積を記録する。溶出の順序は, 検出器B上で水素, 酸素+アルゴン, および窒素である。溶出順序は, 検出器A上では, ホスフィンとアルシンである。

4.2.4.3 校正スタンダードに準じて同じ方法でテストされているサンプルを注入する。保持時間とピーク面積を記録する。

4.2.4.4 4.2.4.2を繰り返す。

4.2.4.5 校正スタンダードの平均ピーク面積をテストされているホスフィンサンプルのピーク面積と比較する。下記の式を用いて, おのおのの不純物の濃度を計算