

SEMI C34-0306

混合酸腐食剤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 1981 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混合酸腐食剤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、混合酸腐食剤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混合酸腐食剤のすべ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

SEMI C2 – Specification for Etchants

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 定義

5.1.1 混合酸腐食剤 (mixed acid etchant) – 硝酸、フッ化水素酸、および酢酸の化合物でなければならない。その化合物は、70%の硝酸、49%のフッ化水素酸および氷酢酸それぞれの容積で表される相対的構成を持っている。表す場合には、全ての相対量は最小の整数比に直さなければならない。例えば、3:1:2 混合酸腐食剤は、3 容量の 70%硝酸、1 容量の 49%フッ化水素酸、および 2 容量の氷酢酸をミックスしたものを意味する。もしある成分が存在しない場合には、その相対容量は 0 と記述しなければならない。例えば、3:1:0 混合酸腐食剤には、氷酢酸が存在しないことを意味する。

6 構成

6.1 混合酸腐食剤のそれぞれの成分の含有量は、全混合物中の 100%酸の重量/重量基盤で表されなければならない。容積から重量への変換については、密度を用いなければならない。すなわち、70%硝酸、49%フッ化水素酸、および氷酢酸それぞれについて、1.415 g/mL、1.153 g/mL、および 1.050 g/mLである。

7 許容範囲

- 7.1 硝酸 : $\pm 1.0\%$ (± 0.16 meq/g)
- 7.2 フッ化水素酸 : $\pm 0.5\%$ (± 0.25 meq/g)
- 7.3 酢酸 : $\pm 1.0\%$ (± 0.17 meq/g)

8 要求条件

- 8.1 グレード 1 および Tier A の混合酸腐食剤に対する要求条件は表 1 に示す。

9 グレード 1 手順

9.1 総合酸 — 30~40 meq の酸度をもつサンプルを正確に計量してポリエチレン計量瓶に入れる。水で 250 mL ポリエチレンビーカーに移し、約 100 mL に希釈する。フェノールフタレイン指示溶液を 10 滴加え、1 N の標準化された水酸化ナトリウムでうすいピンクエンドポイントに滴定する。総合酸度 (A) を計算する。

$$\text{総合酸 (meq/g)} = \frac{\text{mL} \times \text{NaOH の N}}{\text{サンプルの重量 (g)}} = A$$

9.2 フッ化水素酸 — 0.3~0.5 のフッ化水素酸を含むサンプルを正確に計量してポリエチレン計量瓶に入れる。水でポリエチレンビーカーに移し、約 100 mL に希釈する。フェノールフタレイン指示溶液を 10 滴加え、1 N 以上の水酸化ナトリウムでうすいピンクエンドポイントに滴定する。25 mL のフッ化水素酸測定用アセテートバッファーおよび 1 g の Eriochrome シアニン R 指示薬の混合物を加える。磁気攪拌により連続的に混合し標準化された塩化アルミニウム溶液でピンク〜紫エンドポイントに滴定する。

$$\% \text{フッ化水素酸} = \frac{\text{mL} \times \text{AlCl}_3 \text{ 溶液の HF ファクター}}{\text{サンプルの重量 (g)}}$$

9.3 硝酸 — 0.9~1.1 g の硝酸を含むサンプルを正確に計量してポリエチレン計量瓶に入れる。50 mL、2% のホウ酸溶液が入っている 100 mL 容積計量用フラスコに移し、水で希釈し完全に混合する。製造者の指示に従い、分光光度計を準備し、波長を 302 nm に設定する。サンプル溶液を 1 cm 融解石英セルに移し、サンプル溶液対水の吸収度を測定する。予め作成されたキャリブレーションカーブから、サンプル溶液中に存在する硝酸 (g) を読み取る (SEMI C2, 紫外線吸収分光測定法における硝酸の測定参照)。

$$\% \text{硝酸} = \frac{\text{HNO}_3 \text{ 校正カーブ (g)} \times 100}{\text{サンプルの重量 (g)}}$$

9.4 酢酸 — 酢酸の含有量は、総合酸度の値から他の成分のそれぞれに対して求められた酸度を差し引くことにより計算される。

$$\% \text{酢酸} = [A - \frac{\% \text{HF}}{2.001} - \frac{\% \text{HNO}_3}{6.302}] \times 6.005$$

9.5 ヒ素およびアンチモン (As として) — ポリプロロカーボン皿の中の 50 g のサンプルに、5 mL の硫酸と 5 mL の塩酸を加える。静かに混合しフードの中のサンドバス中で蒸発させて三酸化硫黄の煙霧を凝縮する。冷やし、10 mL の水を注意深く加え、再び蒸発させて三酸化硫黄の煙霧を凝縮する。冷やし、35 mL の量を作るために、発生フラスコ水で用心深く洗浄する。“Swirl the flask”で始まる文章でスタートする SEMI C1 の少量のヒ素 (およびアンチモン) の測定に対する一般手順に述べられているように進める。サンプルの銀ジエチルジチオカーバメイト溶液中の赤色は、0.0015 mg のヒ素 (As) を含んでいるスタンダードの赤色よりも濃くなるべきではない。

9.6 微量元素含有量 — 指定微量元素のレベルを決め、適切な放射分光写真法を使用して仕様限度を超えない手順を確立する (SEMI C1, 放射分光写真術による微量元素の測定に対するガイドライン参照)。