

SEMI C37-0706

りん腐食剤の仕様

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 2006 年 5 月 16 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2006 年 6 月に www.semi.org で、そして 2006 年 7 月に CD-ROM で入手可能となる。初版は 1981 年発行、前版は 1999 年に発行された。

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りん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、りん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りん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 なし。

4 参照スタンダードおよび文書

4.1 SEMI スタンダード

SEMI C1 — Guide for the Analysis of Liquid Chemicals

SEMI C2 — Specifications 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 りん腐食剤 (phosphoric etchant) — りん酸、硝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、85%のりん酸、70%の硝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、すべ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、16:1:2 りん酸腐食剤は、16 容量の 85%りん酸、1 容量の 70%硝酸、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、161:0 りん酸腐食剤には、氷酢酸が存在しないことを意味する。

6 構成

6.1 りん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、85%りん酸、70%硝酸、および氷酢酸それぞれについて、1.695 g/mL、1.415 g/mL、および 1.050 g/mLである。

7 許容誤差

7.1 混合酸腐食剤の各成分の絶対百分率に対する許容誤差は次のとおりでなければならない。

りん酸:	± 1.0% (± 0.20 meq/g)
硝酸:	± 0.5% (± 0.08 meq/g)
酢酸:	± 0.5% (± 0.08 meq/g)

8 要求条件

8.1 グレード 1 のりん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 (Total Acidity) — 2.5～3.0 g のサンプルを正確に計量し、風袋が計量されている計量瓶に入れる。水で 25 mL 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青エンドポイントに滴定する。総合酸度 (A) を計算する。

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

9.2 りん酸 (Phosphoric Acid) — 2.5～3.0 g のサンプルを正確に計量し、風袋が計量されている計量瓶に入れる。40～60 mL の水でサンプルをプラチナまたはポリプロロカーボンの皿に移す。フード中の水蒸気バス上で溶液を蒸発させる (1～2 時間)。10～15 mL の水で皿の内壁を洗い落とし、約 1 時間再蒸発させる。冷やし、50 mL の水で希釈する。チモ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青エンドポイントに滴定する。

$$\% \text{ りん酸} = \frac{\text{mL} \times \text{N of NaOH} \times 4.900}{\text{サンプルの重量 (g)}}$$

9.3 硝酸 (Nitric Acid) — 0.9～1.1 g の硝酸を含むサンプルを正確に計量して風袋が計量されている計量 100 mL の容積計量用フラスコに入れる。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。予め作成された校正カーブから、サンプル溶液中に存在する硝酸 (g) を読み取る (SEMI C2, §3.2, 紫外線吸収分光測定法による硝酸の測定参照)。

$$\% \text{ 硝酸} = \frac{\text{grams of HNO}_3 \text{ calibration curve} \times 100}{\text{サンプルの重量 (g)}}$$

9.4 酢酸 (Acetic Acid) — 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。

$$\% \text{ 酢酸} = \left[A - \frac{\% \text{H}_3\text{PO}_4}{4.900} - \frac{\% \text{HNO}_3}{6.302} \right] \times 6.005$$

9.5 重金属 (Pb として) (Heavy Metals (as Pb)) — 6 g のサンプルを水で 30 mL に希釈する。スタンダード用としては、0.02 mg の鉛イオン (Pb) をこの溶液の 5 mL 等分に加え、水で 25 mL に希釈する。サンプル用としては、残りの 25 mL 分を使用する。希釈用水酸化アンモニウム (10% の NH_3) または 1 N の酢酸により、pH を 3 と 4 の間に調整し (pH メーターを使用して)、水でそれぞれの溶液を 40 mL に希釈し混合する。各溶液に 10 mL の新たに調製された硫化水素水を加え混合する。サンプル溶液の色はスタンダード溶液の色よりも濃くなるべきではない。

9.6 アンチモン (Antimony) — 20 mL (20 g) のストック溶液を 100 mL の容積測定用フラスコの中で水で希釈し、混合する。スタンダード用としては、0.4 mg のアンチモニーイオン (Sb) を 2 番目の 100 mL の容積測定用フラスコの中で水で希釈し、混合する。製造者の指示に従って、原子吸収分光計を準備する。空気-アセチレン炎を使用する。アンチモニー・ホロー・カソードランプを所定の場所に置き、モノクロメーターを 217.6 nm のアンチモニー共振ラインにセットする。重水素ランプ修正を適用する。水を吸引し、吸収度 0 にセットする。次に連続してスタンダード、水、およびサンプルを吸引する。サンプルの吸収度はスタンダードの吸収度を超えるべきではない (SEMI C1, §7.9, 原子吸収分光測定法による微量元素の測定についてのガイドライン参照)。