

SEMI C42-1105 水酸化ナトリウム(固体)の仕様

本仕様は、global Liquid Chemicals Committee で技術的に承認されている。現版は 2005 年 9 月 8 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2005 年 10 月に www.semi.org で、そして 2005 年 11 月に CD-ROM で入手可能となる。初版は 1978 年発行。前版は 1999 年発行。

注意: 本文書は 2005 年 11 月、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水酸化ナトリウム(固体)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、水酸化ナトリウム(固体)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水酸化ナトリウム(固体)の全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

SEMI C1 — Guide for the Analysis of Liquid Chemicals

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 なし。

6 物質的性質 (情報目的のみ)

6.1 該当なし。

7 要求条件

7.1 グレード 1 の水酸化ナトリウム(固体)に対する要求条件は表 1 に示す。

8 グレード 1 手順

8.1 含量(Assay) — 密閉された計量瓶の中に 35 ~ 40 g のサンプルを正確に計量して入れる。500 mL の容積測定用フラスコに移し、二酸化炭素を含まない水で溶かし、25°C に冷やす。二酸化炭素を含まない水でマークまで希釈し、よく混合する。この溶液の 25 mL を 500 mL のガラスストッパー付フラスコに移し、175 mL の二酸化炭素を含まない水で希釈し、5 mL の塩化バリウム試薬溶液を加え、振って 5 分間放置する。0.15 mL のフェノールフタレイン試薬溶液を加え、1 N の塩酸で滴定する(この溶液を炭酸カリウム試験用に保存する)。

$$\% \text{Assay} = \frac{\text{mL} \times \text{N of HCl} \times 80.00}{\text{Weight of sample (g)}}$$

8.2 炭酸カリウム (Na_2CO_3) — 上記の滴定された溶液に 0.15 mL のメチルオレンジ試薬溶液を加え、1 N の塩酸で滴定を続ける。追加の塩酸の量は炭酸カリウムによって消費された量と等価である。

$$\% \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{\text{mL} \times \text{N of HCl} \times 106.00}{\text{Weight of sample (g)}}$$

8.3 水酸化アンモニウム沈澱物 (Ammonium Hydroxide Precipitate) — 約 10 g のサンプルを計量し、約 100 mL の水に溶かす。15 mL の硫酸を注意深く 15 mL の水に加えて冷やす。次にサンプル溶液に混合液を注意深く加え、蒸発させて煙霧を凝縮する。冷やし、残留物を 130 mL の熱湯に溶かし、溶液がメチルレッドに対して丁度塩基性になるまで水酸化アンモニウムを加える。沸騰するまで熱し濾過する。熱湯で洗浄し、燃焼させる。残留物の重量が 2 mg を超えるべきではない。

8.4 不溶解物質 (Insoluble Matter) — 500 mL のストッパー付フラスコ中の 250 mL の二酸化炭素を含まない水に 50 g のサンプルを溶かし、25°C に冷やす。溶液はクリアで無色を示すべきである。中程度の孔の濾過用ろ紙を通して濾過し、熱湯で完全に洗浄する。ろ紙を 105°C で 1 時間乾燥させ、冷やし残留物を計量する。残留物の重量は 2.5 mg を超えるべきではない。

8.5 8.6 ~ 8.11 項, 8.13 ~ 8.14 項用のストック溶液 — 50 g のサンプルを 250 mL の二酸化炭素を含まない水に溶かし、そのような水で 500 mL に希釈する。1 mL は 0.10 g のサンプルを含有する。プラスチック容器に貯蔵する。

8.6 窒素化合物 (N として) (Nitrogen Compounds (as N)) — 凝縮器にスプレイトラップを通して接続されているフラスコの中で 20 mL のストック溶液を 50 mL の水で溶解する。凝縮器のエンドは 10 mL、0.1 N の塩酸の表面下に浸っている。スタンダードに対しては同様なフラスコに 50 mL の水を入れ、10 mL のストック溶液と 1 mL の窒素標準溶液を加える。各フラスコに 0.5 g のアルミニウムワイヤの薄片を加え、1 時間放置し、ゆっくりと約 35 mL 蒸留する。各蒸留物に 2 mL の新たに沸騰させた 10% の水酸化ナトリウム試薬溶液を加え、水で希釈して 50 mL とし、2 mL の Nessler 試薬を加える。サンプル溶液中の色は標準溶液中の色よりも濃くなるべきではない。

注 1: 前項で述べられた窒素標準溶液は、SEMI C1 に記載のとおりとすべきである。

8.7 塩化物 (Chloride) — 10 mL のストック溶液を 100 mL の水で希釈する。必要に応じ塩化物を含まないフィルタを通して濾過する。20 mL のこの溶液に 5 mL の水、1 mL の硝酸、および 1 mL の硝酸銀試薬溶液を加える。発生する混濁は、試験に使用される試薬量を含む等量の溶液中の 0.01 mg の塩化物イオン (Cl) によって発生する混濁よりも大きくなるべきではない。

8.8 リン酸塩 (Phosphate) — 40 mL のストック溶液に 10 mL の塩酸を加え水蒸気バス上で蒸発させ乾燥する。残留物を 25 mL、0.5 N の硫酸に溶かす。1 mL のアンモニウム試薬溶液および 1 mL の p- (メチルアミノ) 硫酸フェノール試薬溶液を加え、室温で 2 時間放置する。青色は、0.02 mg の磷酸イオン (PO_4) がサンプルとして処理される場合に生じる青色よりも濃くなるべきではない。

8.9 硫酸塩 (Sulfate) — 20 mL のストック溶液に 5 mL の塩酸を加え水蒸気バス上で蒸発させ乾燥する。残留物を 20 mL の水に溶かし、再び蒸発させ乾燥する。残留物を 20 mL の水に溶かし、必要ならば濾過する。1 mL の希釈用塩酸 (1+19) および 1 mL の塩化バリウム試薬溶液を加える。10 分間放置する。発生する混濁は、0.04 mg の硫酸塩イオン (SO_4) がサンプルとして処理されるときに発生する混濁よりも大きくなるべきではない。

8.10 重金属 (Ag として) (Heavy Metals (as Ag)) — 60 mL のストック溶液に注意深く 5 mL の硝酸を加える。スタンダードに対しては 0.05 mg の銀イオン (Ag) を 10 mL のストック溶液に加え、20 mL の硝酸を注意深く加える。両方の溶液を低い炎または電気ホットプレートの上で蒸発させ乾燥する。それぞれの残留物を約 20 mL の水に溶かし、もし必要ならば、塩化物を含まないフィルタを通して濾過し、水で 25 mL 希釈する。1 N の酢酸または水酸化アンモニウム (10 % の NH_3) で pH を 3 と 4 の間に調整 (pH メーター使用) し、水でそれぞれの溶液を 40 mL に希釈し掻き混ぜる。10 mL の新たに調製された硫化水素水をそれぞれの溶液に加え、再び掻き混ぜる。サンプル溶液中に発生した色は標準液中の色よりも濃くなるべきではない。

8.11 鉄 (Iron) — フェノールフタレイン指示溶液を使用して 10 mL のストック溶液を塩酸で中和し、過度に 2 mL を加え、水で 50 mL に希釈する。30 ~ 50 mg のペルオキソ二硫酸アンモニウム結晶および 3 mL のチオシアン酸アンモニウム試薬溶液を加える。発生する赤色は、0.01 mg の鉄イオン (Fe) がサンプルとして処理されるときに発生する赤色よりも濃くなるべきではない。