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 C54-1103
酸素の仕様とガイドライン

本仕様は Global Gases Committee にて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 2003 年 7 月 27 日 North American Regional Standards Committee で承認されている。2003 年 10 月にまず www.semi.org で入手可能になり，2003 年 11 月発行に至る。

1 目的

1.1 本書の目的は，半導体製造業で使用されるさまざまなグレードの酸素（O_2）のための一連の仕様を提供することである。

2 範囲

2.1 本書がカバーするのは，半導体製造業で使用される全ての標準グレードの酸素に対する要求条件である。

注意： このスタンダードはその使用に関連した全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の作業方法を確立し，また使用前に規制上その他の制限への適用性を判断するものである。

3 特性

3.1 酸素は，無味無臭不燃の二原子の気体であり，地球大気の約 22%を構成する。極低温では淡青色の液体となる。不燃性； 分別蒸留によって液体空気から得られる不燃性の極低温ガス。酸素は不燃性であるが，濃度によっては他の物質を可燃性にすることができる強力な酸化剤である。

4 制限

4.1 なし。

5 参照スタンダード

5.1 *SEMI スタンダード*

SEMI C1 — Specifications for Reagents

SEMI C3 — Specifications for Gases

注意： 別途指示のない場合，引用された全ての文書は最新の出版バージョンである。

6 用語

6.1 このスタンダードに適切な用語は，SEMI C3 にて定義されている。

7 要求条件

7.1 さまざまなグレードの酸素に対する純度やその他の要求条件を表 1 に示す。

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

SEMI C54-1103
© SEMI 2003
Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI C54-1103N (Japanese)

表 1　さまざまなグレードの酸素に対する不純物やその他の要求条件

以前の SEMI スタンダード 参照番号	*C3.22-1000 (仕様)*	*C3.23-1000 (仕様)*	*C3.41-0697 (仕様)*
グレード(Grade)	2.5	3.8	5.8
純度(Purity)	99.5%	99.98%	99.9998% (注 1 参照)
不純物(Impurities)	最大許容レベル(ppm)(注 2 参照)		
二酸化炭素と一酸化炭素(CO_2 + CO))	5	N/A	N/A
二酸化炭素(CO_2)	N/A	1	0.1
一酸化炭素(CO)	N/A	1	0.1
水素(H_2)	N/A	N/A	0.1
窒素(N_2)	100	30	0.5
亜酸化窒素(N_2O)	2	1	N/A
アルゴン(Ar)	N/A	100	1.0
クリプトン(Kr)	N/A	10	N/A
水分(H_2O)(ppmv)	1	1	0.1
メタン換算総炭化水素量 (Total Hydrocarbons expressed as Methane (THC))	25	1	0.1
希少ガスを含む総不純物(TOTAL IMPURITIES INCLUDING RARE GASES)	5000	N/A	N/A
総不純物(TOTAL IMPURITIES)	N/A	145	2.0
パーティクル(Particles)	(注 3 参照)	(注 3 参照)	(注 3 参照)

注 1:　この仕様を満たすために精製器を使用できる。
注 2:　重要なデータの分析は考慮されていない。重要な指標の数値は，分析精度と提供される手順の精度に基づく。
注 3:　ユーザとサプライヤの間で決定のこと。

8 物理定数

8.1　　酸素の物理定数を表 2 に示す(情報のみ)。

表 2　酸素の物理定数 (情報のみ)

	メートル単位	*ヤードポンド単位*
分子量	31.999	31.999
沸点(1 気圧)	−183°C	−297.4°F
気体濃度(21.1°C (70°F), 1 気圧)	1.309 kg/m^3	0.082 lb/ft^3
比重(21.1°C, 1 気圧 (空気 = 1)	1.1049	1.1049
液体濃度(沸点)	1142 kg/m^3	71.27 lb/ft^3

9 グレード 2.5 の酸素の分析手順

9.1　　*一酸化炭素，二酸化炭素，亜酸化窒素* — これは，赤外線分光光度法を使用し酸素中の一酸化炭素，二酸化炭素，亜酸化窒素の濃度を測定する手順である。

9.1.1　　*検出限界* —
一酸化炭素で 0.5 ppm,
二酸化炭素で 0.1 ppm,
亜酸化窒素で 0.2 ppm 。

9.1.2　　*計測器のパラメータ*

9.1.2.1　10 mの可変長赤外線ガスセル。

9.1.2.2　赤外線回折格子分光計 。

9.1.2.3　ブルドン管真空計

9.1.3　　*校正スタンダード* —
10 ppmの一酸化炭素,
10 ppmの二酸化炭素,
10 ppmの亜酸化窒素を含有し,
残りは酸素。

9.1.4　　*操作手順*

9.1.4.1　校正スタンダードを評価ガスセルに入れて 50 psiaに加圧する。次の波数をスキャンして吸光度を求める。:
一酸化炭素は 2172 cm^{-1},
亜酸化窒素は 2235 cm^{-1},
二酸化炭素は 2360 cm^{-1}。

9.1.4.2　酸素サンプルガスをセルに入れて真空にし 50 psiaに加圧する。9.1.4.1 項のように適切な波数をスキャンする。

9.1.4.3　校正スタンダードの吸光度とテストする酸素サンプルの吸光度を比較する。次の式を使用して，一酸化炭素，二酸化炭素，亜酸化窒素の濃度を計

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI C54-1103N (Japanese)

算する。結果は，本スタンダード 7 項の仕様を超えてはならない。

$$\frac{\text{サンプルの吸光度}}{\text{スタンダードの吸光度}} \times \text{スタンダードの濃度} = \text{サンプルの濃度}$$

9.2　*窒素* — これは，熱伝導率検出器によるガスクロマトグラフを使用した酸素中の窒素濃度の測定手順である。

9.2.1　*検出限界* — 10 ppm。

9.2.2　*計測器のパラメータ*

9.2.2.1　カラム:
5A分子シーブ 4.6 m（15 フィート），
外径 3.2mm（1/8 インチ）のステンレス鋼，
または，相当品。

9.2.2.2　キャリア流量: 30 mL/minヘリウム。

9.2.2.3　サンプル量: 2.0 mL。

9.2.2.4　温度

検出器	200℃
カラムオーブン	21℃

9.2.3　*校正スタンダード* —
酸素中 100 ppmの窒素。

9.2.4　*操作手順*

9.2.4.1　ガスサンプリングバルブを使用して校正スタンダードをカラムに注入する。滞留時間とピーク面積を記録する（注 1 参照）。

注 1:　必要とする精度が達成されるに必要な限り多くの回数の校正スタンダードを導入すること。

9.2.4.2　校正スタンダードとして同じ方法でテストされるサンプルを注入する。滞留時間とピーク面積を記録する。

9.2.4.3　9.2.4.2 項を繰り返す。

9.2.4.4　校正スタンダードの平均ピーク面積をテストする酸素サンプルの平均ピーク面積と比較する。次の式を使用して窒素の濃度を計算する。結果は，本スタンダード 7 項の仕様を超えてはならない。

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

9.3　*総炭化水素量* — これは，総炭化水素量アナライザを装備した連続流れ方式水素炎イオン化検出器を使用した場合の，酸素中の総炭化水素量（THC）を測定する手順である（注 2，3，4 を参照）。

注 2:　酸素中に 0 ～ 1 ppm の既知のレベルの炭化水素を含むゼロガススタンダードとスパンガススタンダードをアナライザの校正に使用するという条件で，0 ～ 1 の範囲を使用できる。

注 3:　マトリックスガスの流量と熱容量が機器の出力に影響するので，ゼロガスマトリックスとスパンガスマトリックスは，サンプルガスのマトリックスと一致していなければならない。

注 4:　異なる炭化水素に対する水素炎イオン化検出器を装備した総炭化水素量アナライザの有効な応答は異なることがあり，近似しなければならない。しかし，酸素中のよくある炭化水素の不純物の応答は，正確に総和でき，メタンと比較できる。

9.3.1　*検出限界* — 0.1 ppm。

9.3.2　*流量の要求条件*

9.3.2.1　炭化水素のない（1.0 ppm未満）高純度の水素: 35 ～ 40 mL/min。
またはヘリウムまたは窒素に 40%の水素を含むマトリックス:75 ～ 80 mL/min。

9.3.2.2　炭化水素のない（1.0 ppm未満）乾燥した空気:350 ～ 400 mL/min。

9.3.2.3　機器メーカーの取扱説明書に従ってサンプルの流量を設定する。

9.3.3　*校正スタンダード*

9.3.3.1　0.5 ppm未満のレベルの既知の量の炭化水素を含む酸素。

9.3.3.2　上位のスパンガスは酸素中になければならず，CH_4レベルは仕様の濃度の 4 倍を超えてはならない。

9.3.4　*操作手順*

9.3.4.1　水素，空気，サンプルの流量を一度設定したら変更しないこと。

9.3.4.2　既知の量の炭化水素を含むゼロ酸素を導入し，ゼロ調整ノブを使用して 0 ～ 10 ppmの範囲で正しいレベルの指示値になるようにニードル（または出力）を設定する。

9.3.4.3　酸素中にスパンガススタンダードを導入し，スパン調整ノブを使用してスパンガスの炭化水素レベルと一致するようにニードル（または出力指示値）を設定する。

9.3.4.4　酸素サンプルをアナライザに導入し，アナライザのメーターで炭化水素の量を読む。結果は，本スタンダード 7 項の仕様を超えてはならない。

9.4　*水分* — これは，連続流れ方式冷表面結露／露点湿度計を使用し，酸素中の微量湿分（水分）を決定する手順である（注 5，6，7 を参照）。

注 5:　サンプリングシステムおよび湿度計は，サンプルの圧力で動作するように設計されているか，分析湿度計の圧力の制限値に合うようにサンプルの圧力を（ステンレス

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI C54-1103N (Japanese)

鋼またはその他に適当と思われる材料のダイヤフラムを有するレギュレータによって）減圧しなければならない。

注 6:　国立標準技術研究所（NIST）は，露点／霜店湿度計に使用される校正サービスを提供している。

注 7:　本方法は，水分が蒸発する前に凝結する他の成分，例えば二酸化炭素や油分の汚染物がガス中に存在する場合は適用できない。

9.4.1　*検出限界* — −79℃（−110°F）で 0.6 ppm（vol/vol）

9.4.2　*流量の要求条件*

9.4.2.1　機器メーカーの取扱説明書に従ってサンプルの圧力と流量を設定すること。

9.4.2.2　ガスは冷却されたミラーを通過し，そこで光学的な手段によって結露（または露点）が検出され，ミラーの温度を測定する温度計の値が読まれる。

9.4.3　*校正スタンダード* — −79℃（−110°F）付近の温度を指示するように設計された校正温度計が必要である。

9.4.4　*操作手順*

9.4.4.1　周囲の湿分に暴露した後にパージして乾燥させた清浄なステンレス鋼の配管を使用し，ソースからガスの連続流サンプルを取得する。

9.4.4.2　乾燥したガスで事前パージした後，1 ～ 24 時間，サンプルガスをサンプリングシステムおよび露点／霜点湿度計を通過させ，システム全体の湿分が平衡状態になるようにする。

9.4.4.3　平衡に達した後，ミラーを冷却してサンプルガスの実際の露点／霜点を測定する。必要な温度を得るにはメーカーの推奨事項に従うこと。

9.4.4.4　安定した指示値が確認されてからも，少なくとも 30 分間，露点／霜点を検証すること。

9.4.4.5　測定時の圧力から 1 atmまで測定して露点を補正する。結果は，本スタンダード 7 項の仕様を超えてはならない。

9.5　*酸素の検定* — この手順では，「オルザット」分析器を使用した酸素の検定について説明する。これは，非吸収性／非反応性ガスの容積測定法である。

9.5.1　*方法の能力* — 99.9%酸素。

9.5.2　*計測器のパラメータ* — 図 1 を参照すること。

9.5.2.1　装置

- 1 ～ 100 mL の校正証明済みのビュレット，最初の 5 mL について 0.1 mL 毎に校正，上部に 3 方ストップコックを装備。
- 3 ～ 250 mL 吸引ボトル。
- 1 穴のゴム製ストップ，1 個。
- 外径 1 ～ 1/16 インチの軟銅線によって作られた中空コイル外径 3/8 インチ，長さ 3/4 インチ。
- 外径 3/8 インチのタイゴンチューブ，所要量。
- 外科用ゴムチューブ，所要量。
- 蒸留水，1 ガロン。
- 技術グレードの塩化アンモニウム，2 ポンド。
- 27%水酸化アンモニウム，1 ガロン。

9.5.2.2　*テスト溶液の準備*

9.5.2.2.1　2 ポンドの技術グレードの塩化アンモニウムを 1 ガロンの蒸留水に溶解し，ガラス製のジャーに保管する。この溶液の半ガロンを半ガロンの 27%水酸化アンモニウムと混合する。

9.5.3　*装置の組立* — 装置は，図 1 に示すように適切な木枠や金属フレーム内に組み立てて，ビュレットに接続される吸引ボトルが必要に応じて上下に動かせ，銅コイルが入った中央の吸引ボトルに分析するガスを出し入れできるように配置する。レベリングをおこなう 2 本のボトルにはテスト溶液を半分充填し，ビュレットと銅コイルが入った吸引ボトルには完全に充填する。

9.5.4　*操作手順*

9.5.4.1　サンプルを分析する前に，純度が既知の酸素源を使用して一連の分析を実行する。この手順は，テスト溶液を正しくエージングして，装置にトラップされる可能性がある泡を取り除くために必要である。3 回連続して分析を実行し，既知の純度が指示された後，テストに進むことができる（注 8 を参照）。

注 8:　この手順は，テスト溶液を交換したあるいは空気によって装置が汚染された直後にのみ必要である。

9.5.4.2　テストするボンベのレギュレータからビュレットのストップコックにゴムチューブを接続する。ストップコックを回してサンプルをガス測定ビュレットに引き出す。ビュレットに 100 mL（ゼロマークの下）よりやや多めに収集し，ストップコックを回して酸素の流れを遮断し，ビュレットの入口に接続されたゴムチューブを取り外す。ビュレット内のガスサンプルがゼロマークを下回っている場合は，レベリングボトル#1 を上げて，ビュレット内の水面レベルがちょうどゼロになるようにする（図 2aを参照）。

9.5.4.3　ストップコックを回して銅コイルが入った吸引ボトル#3 を接続し，レベリングボトル#1 を上げて酸素をこの吸引ボトルに送る（図 2bを参照）。銅コイルが入ったボトル#3 を反転し，入側ストッパと横向きの出口が両方とも下向きの位置になるようにして，1～2 分間静かに振る。テストボトル#3 を底を下にして立てて残ったガスがすべてガス測定ビュレットに引き出さ

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: SEMI C54-1103N (Japanese)

れるようにレベリングボトルを下げる(図 2cを参照)。少なくとも 25 ～ 30 mLのテスト溶液を，銅コイルのボトル#3 およびガスビュレットを通して同時に中央のボトルを静かに揺り動かしながら，左手のレベリングボトル#2 から右手のレベリングボトル#1 に送る。(図 2d を参照)。これによって銅コイルにくっつく泡をガス測定ビュレットに移動できる。

9.5.4.4 ストップコック締めて，レベリングボトル#1 の液面がガスビュレット上部の液面と同じになるようにレベリングボトル#1 を上げる(図 2eを参照)。レベリングボトルとガスビュレットの液面が同じになると，この点でのビュレットの液面レベルのガス純度マークを読みとる。

9.5.5 *メンテナンス*

9.5.5.1 テストボトルを完全に充填するために，必要に応じて銅コイルをボトルに入れなければならない。ガスビュレットは強力な洗浄液によって清浄にしてガスの空間に付着する可能性がある液滴を除去し，純度指示値が不正にならないようにすること。ガスビュレットの液面より上に液滴がついている時は，指示値は採用しないこと。純度指示値に誤差があるからである。

9.5.5.2 溶液は劣化するので時々交換しなければならない。緑に変色し始めたら，あるいは既知の純度のボンベ内の酸素の許容可能な最低純度を得るのに必要な揺り動かし時間が長くなったら，交換する必要がある。既知の純度のボンベの分析によって正しい純度が得られない場合は，溶液が劣化した疑いがある。

9.5.6 *標準化*

9.5.6.1 上記の分析方法は，第一の標準として使用できる。つまり，酸素を測定する電子分析器について測定の標準として使用できるということを意味する。

9.5.6.2 この方法は，サンプルガス中に二酸化酸素が存在していない場合の酸素固有の方法である。サンプルガスの成分の 1 つが二酸化炭素である場合は，まずサンプルから二酸化炭素を除去しなければならない。

10 グレード 3.8 の酸素の分析手順（9.2.4.1 項の注 1 および注 9 を参照）

注 9: サンプルの分析に使用するすべてのガスの成分は，特に指定がない限り，対象となる成分のサンプル内の値の 10%を超えてはならない。

10.1 *アルゴン* — これは，熱伝導率検出器によるガスクロマトグラフを使用した酸素中のアルゴン濃度の測定手順である。

10.1.1 *検出限界* — 25 ppm。

10.1.2 *計測器のパラメータ*

10.1.2.1 カラム:
5A，60/80 メッシュの分子シーブによってパッキングされた長さ 3.6 m(12 フィート)，直径 3.2 mm(1/8 インチ)のステンレス鋼チューブで，パーティクル洗浄し，300℃で 24 時間活性化したチューブ，
または相当品。

10.1.2.2 キャリア流量: 45 mL/minヘリウム。

10.1.2.3 サンプル量: 1 ～ 3 mL。

10.1.2.4 温度:

検出器	40℃
カラム	−50℃

10.1.3 *校正スタンダード*—
50 ～ 150 ppmのアルゴン，残りはヘリウム。

10.1.4 *操作手順(図3 を参照)*

10.1.4.1 バルブが位置Aの値の状態で，サンプルループを校正スタンダードでパージする。バルブを位置Bに切り換え，サンプルをカラムに注入する。アルゴンが検出された後，バルブを位置Aに戻し，カラムから酸素を逆洗する。ピーク面積と滞留時間を記録する。

10.1.4.2 10.1.4.1 項と同じ方法でテストする酸素サンプルを注入する。ピーク面積と滞留時間を記録する。

10.1.4.3 10.1.4.2 項を繰り返す。

10.1.4.4 次の式を使用してサンプル内のアルゴンの濃度を計算する。結果は，このスタンダードの 7 項の仕様を超えてはならない。

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

10.2 *一酸化炭素* — これは，デュアルビーム光学非分散赤外線分光測光法を使用した一酸化炭素濃度の測定手順である。

10.2.1 *検出限界* — 0.2 ppm。

10.2.2 *計測器のパラメータ*

10.2.2.1 検出器:「ルフト」タイプまたは相当品。

10.2.2.2 10 インチ赤外線ガスセルまたは同等の感度を有するもの。

10.2.2.3 サンプルセル圧力:フルスケールレンジ 0～20 ppmの一酸化炭素について 200 psig，あるいはセルメーカーの推奨圧力。

Documents
Document Sharing Hub
C54-1103
Full document details: SEMI C54-1103N (Japanese)