

SEMI C59-1104

窒素の仕様とガイドライン

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、2004 年 7 月 11 日 North American Regional Standards Committee にて承認されている。2004 年 9 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2004 年 11 月発行に至る。初版は 2002 年 11 月、前版は 2003 年 11 月に出版された。

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窒素 (N₂) 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グレードの窒素に対する要求条件である。

2.2 分析方法が完成していない場合は、要求条件はガイドラインとして記述される。

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 特性

3.1 窒素は、無味無臭不燃の二原子の気体であり、地球大気の約 78%を構成する。極低温では無色の液体となる。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。

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。

表 1 さまざまなグレードの窒素の純度やその他の要求条件

以前の SEMI スタンダード 参照番号	C3.5-93 (仕様)	C3.15-93 (仕様)	C3.48-0200 (仕様)	C3.29-96 (仕様)	C3.28-0200 (ガイドライン)	C3.49-94 (仕様)
グレード (Grade)	4.8	5.2	5.4	5.5	5.6	7.0
純度 (Purity)	99.998 %	99.9992 %	99.9994 %	99.9995 % (注 1 参照)	99.9996 %	99.99999 %
不純物 (Impurities)	最大許容レベル (ppm) (注 2 参照)					
二酸化炭素 (CO ₂)	1	1	0.5	0.2	0.5	0.010
一酸化炭素 (CO)	5	2	2	2	0.5	0.010
水素 (H ₂)	2	2	2	2	1	0.010
酸素 (O ₂)	3	1	0.5	0.2	0.5	0.010
水分 (H ₂ O) (ppmv)	1	1	0.5	0.2	0.5	0.050
メタン換算総炭化水素量 (THC: Total Hydrocarbons expressed as Methane)	1	1	0.5	0.2	0.5	0.010
総指定不純物 (TOTAL SPECIFIED IMPURITIES)	13	8	6	4.8	3.5	0.100
パーティクル (Particles)	(注 3 参照)	(注 3 参照)	(注 3 参照)	(注 3 参照)	(注 3 参照)	最大 20/ft ³ > 0.02 μm (注 4 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: 重要な指標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。

注 4: 精製器／フィルタの後で測定してよい。サンプリング点は、ユーザとサプライヤの間で合意すること。

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窒素に対する純度やその他の要求条件を表 1 に示す。

8 物理定数

8.1 窒素の物理定数を表 2 に示す (情報のみ)。

表 2 窒素の物理定数 (情報のみ)

	メートル単位	ヤードポンド単位
分子量	28.013	28.013
沸点 (1 気圧)	-195.8°C	-320.4°F
気体密度 (21.1°C (70°F), 1 気圧)	1.1605 kg/m ³	0.07245 lb/ft ³
比重 (21.1°C, 1 気圧 (空気 = 1))	0.967	0.967
液体濃度 (沸点)	808.8 kg/m ³	50.49 lb/ft ³

9 グレード 4.8 の窒素の分析手順

注 1: 必要とする精度が達成されるまで必要な回数の校正スタンダードを導入すること。

注 2: サンプルの分析に使用される全てのガスの対象成分は、特に指定がない限り、サンプルの値の 10%を超える量を含有してはならない。

9.1 一酸化炭素と二酸化炭素 — これは、水素炎イオン化検出器およびメタナイザーによるガスクロマトグラフを使用した場合の、窒素中の一酸化炭素と二酸化炭素の量の測定手順である。

注 3: キャリアガスの一酸化炭素は 0.1 ppm 未満、水素は 0.1 ppm 未満でなければならない。

9.1.1 検出限界 — 100 ppb

9.1.2 計測器のパラメータ

9.1.2.1 カラム:

Porapak TまたはQ,

長さ 3 m (9.8 フィート), 外径 3.2 mm (1/8 インチ), 内径 2.2 mm (0.085 インチ), ステンレス鋼, または,

Chromosorb 102, 長さ 2m (6.6 フィート), 外径 3.2mm (1/8 インチ), 内径 2.2mm (0.085 インチ), ステンレス鋼, または, 相当品。

9.1.2.2 キャリア流量: 30mL/min ヘリウム。

9.1.2.3 サンプル量: 0.5 ~ 2.0 mL。

9.1.2.4 温度:

検出器	280°C
カラムオープン	60°C
メタナイザー	350°C

9.1.3 校正スタンダード — 1 ~ 5 ppmの一酸化炭素, 1 ~ 5 ppmの二酸化炭素, 残りは窒素。

9.1.4 操作手順

9.1.4.1 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。溶出の順序は、一酸化炭素, 二酸化炭素である。

9.1.4.2 テストするサンプルを校正スタンダードと同じ方法で注入する。滞留時間とピーク面積を記録する。

9.1.4.3 9.1.4.1 項を繰り返す。

9.1.4.4 校正スタンダードの平均ピーク面積とテストする窒素サンプルの平均ピーク面積とを比較する。次の式を使用して一酸化炭素と二酸化炭素の濃度を計算する。

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

9.1.4.5 結果は、表 1 の仕様を超えてはならない。

9.2 水素 — これは、ヘリウムイオン化検出器によるガスクロマトグラフを使用した場合の、窒素中の水素量の測定手順である。

9.2.1 検出限界 — 500 ppb

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, 長さ 1.9 m (6 フィート), 外径 3.2 mm (1/8 インチ), 内径 2.2 mm (0.085 インチ), 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: 3.0 mL

9.2.2.4 温度:

検出器	125°C
カラム温度	65°C

9.2.3 校正スタンダード— 1～5 ppmの水素を含む窒素。

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。

9.2.4.2 テストするサンプルを校正スタンダードと同じ方法で注入する。滞留時間とピーク面積を記録する。

9.2.4.3 9.2.4.1 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とテストする窒素サンプルの平均ピーク面積とを比較する。次の式を使用して一酸化炭素と二酸化炭素の濃度を計算する。

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

9.2.4.5 結果は、表 1 の仕様を超えてはならない。

9.3 酸素 — これは、電気化学法を使用する連続流れ方式アナライザを使用した場合の、窒素中の酸素量の測定手順である。

9.3.1 検出限界 — 100 ppb

9.3.2 流量率 — 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— 3 ～ 15 ppmの酸素を含む窒素または、機器メーカーの取扱説明書に従うこと。

9.3.4 操作手順

9.3.4.1 サンプルの流量は、一度設定したら変更しないこと。

9.3.4.2 窒素のサンプルを導入し、酸素の指示値を記録する。結果は、表 1 の仕様を超えてはならない。

9.4 総炭化水素量 — これは、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を連続流れ方式使用した場合の、窒素中の総炭化水素量の測定手順である。

注 4: 窒素中に 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 5: マトリックスガスの流量率と熱容量が計測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、サンプルガスの流量率と熱容量に一致していなければならない。

注 6: 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、窒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。

9.4.1 検出限界 — 0.1 ppm

9.4.2 流量の要求条件

9.4.2.1 炭化水素のない(0.1 ppm未満)高純度の水素。ヘリウムまたは窒素に 35 ～ 40 mL/min, または 40 %の水素を含むマトリックスを 75 ～ 80 mL/min。

9.4.2.2 炭化水素のない(0.1 ppm未満)乾燥した空気: 350 ～ 400 mL/min。

9.4.2.3 機器メーカーの取扱説明書に従ってサンプル流量を設定する。

9.4.3 校正スタンダード

9.4.3.1 0.5 ppmレベルの既知の量の炭化水素を含む窒素。

9.4.3.2 スパンガスの上限は、仕様の濃度の 5 倍を超えないこと。

9.4.4 操作手順

9.4.4.1 水素、空気、サンプル流量を一度設定したら変更しないこと。

9.4.4.2 既知の量の炭化水素を含む窒素を導入し、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。

9.4.4.3 窒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。

9.4.4.4 窒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、表 1 の仕様を超えてはならない。

9.5 水分 — これは、連続流れ方式圧電湿度計を使用した場合の、窒素中の微量湿分(水分)の測定手順である。

注 7: 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(ステンレス鋼ま