

SEMI F48-0600

高分子材料中の微量金属を検出するための試験方法

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。

本試験方法は、Global Facilities Committee で技術的に承認されたもので、North American Facilities Committee が直接責任を負うものである。現版は 2000 年 3 月 2 日に North American Regional Standards Committee にて承認された。2000 年 4 月にまず SEMI On Line で入手可能になり、2000 年 6 月発行に至る。

1 目的

1.1 この試験方法はバルク高分子材料中の不揮発性微量無機質不純物を検出するための手順を規定する。

2 範囲

2.1 DDA (無水灰による活物分解) または DCV (密閉容器内での活物分解) 調合手法を使って、ICP-MS (誘導結合プラズマ質量分光法)、GFAAS (黒鉛ルツボ原子吸光分光法) 及び/または ICP-AES (誘導結合プラズマ原子発光分光法) を使用して微量の無機物を検出するために、SEMI F40 に従ってあらかじめ入手、清浄したサンプルを分析する。

2.2 分析する材料には下記のものを含むがそれに限定されない:

- PFA (パーフルオロアルコキシ)、PVDF (フッ化ポリビニリデン)、ECTFE (エチレンクロロトリフルオロエチレン)、PEEK (ポリエーテルエーテルケトン)、PP (ポリプロピレン)、PE (ポリエチレン)、アセトール樹脂、PVC (ポリ塩化ビニール)、MFA (パーフルオロメチルエーテル基準パーフルオロアルコキシ) のペレットや PTFE (四フッ化ポリエチレン) の粉末などの高分子原材料 (樹脂)。
- UPW (超純水) 及び LCDS (薬液供給システム) に使用するチューブ、パイプ、継手、バルブ、レギュレータ、フィルターハウジング、フィルターカートリッジ、Oリング、ガスケットの高分子材料製の部品。この他の情報については 3.8 項参照。
- イオン交換樹脂
- 半導体デバイスの製造に使用されるウェーハキャリアやピンセット等の高分子製品や、ウェット装置の内部付属品 (例えば、スピンドリヤ内のドラム、クイックダンプリンサー内のタンク等)。この他の情報については 3.8 項参照。

2.3 本書は DDA 項で灰化手法につき言及しているが、その手法を使って、サンプルをプラチナもしくは石英製ルツボに入れ、熱分解する。マッフル炉またはマイクロウェーブマッフル炉内での熱分解も使用してよい。

い。更に、酸素プラズマを別々に、あるいはこれらの手法と一緒に使用してもよい。

2.4 本書は DCV の項で、高温高压での密閉容器のマイクロウェーブ酸分解に言及している。密閉容器熱伝導加熱を交互に適用してよい。

2.5 ICP-MS、GFAAS、ICP-AES はすべて無機分析に適切である。感度がよく効率的であるという理由で ICP-MS が望ましい方法である。同一の分析性能判断基準を満足するなら 3 つの方法を交互に使ってよい。各実験室が行うそれぞれ独自の分析の中でのそれぞれの方法の妥当性を検証するのは分析を行った実験室の責任である。

2.6 この方法は表 1 に示す元素に適用できる:

表 1 適用できる元素の一覧表 (注 1 参照)

アルミニウム	マグネシウム
バリウム	マンガン
カルシウム	ニッケル
クロム	カリウム
コバルト	ナトリウム
銅	ストロンチウム
鉄	スズ
鉛	チタン
リチウム	亜鉛
モリブデン	ジルコニウム

注 1: 3.3 項の「制限」参照。

2.7 エンドユーザが望み、対象の検体に対する性能が実証されるなら、この方法を他の材料もしくは不揮発性元素に使用してよい。

2.8 本スタンダードの意図はスタンダードの使用に関連した安全性の問題を全て扱うことではない。使用に先立って適切な安全および健康に関する施策を確立し、規定の限界の適否を決定するのは本スタンダードのユーザの責任である。

3 制限

3.1 この方法の精度は検出器具の検出限界により、またサンプルの準備手順によって制限される。

3.2 この手順は ppm(質量/質量)レンジで分析レベルを予想する。0.1 ppm より小さい不純物はこの方法では検出できない。

3.3 この方法を他の元素にまで広げるときは、有効性の確認時に回復率も評価すること。B(ボロン), As(ヒ素), Sb(アンチモニー), Hg(水銀), Au(金), W(タングステン)のような揮発性元素の場合に回復率が低いことが度々見受けられる。これは比較的高い温度のサンプル調合法と、水溶液中で安定性が低い元素があることが原因である。揮発性ハロゲン化物を形成する元素は、ハロゲンと化合したポリマーが灰化すると、水素ハロゲン化物が元の性質に戻ってしまうため影響を受けることがある。

3.4 これはバルク分析手法である。浸出性試験あるいは表面分析については、この方法の関連文書(16項)を参照のこと。

3.5 温浸技術は急速に発展しているため、本書の DCV 項を使用しての分析を行うときはメーカーが推薦する指示を調べること。

3.6 DCV 手法は、反応的が極めて高いガス状の温浸反応生成物、あるいは高压状態で揮発する物質を発生する可能性がある。サンプルを加熱中に起こりうる自然発生的なガス抜けがサンプルと被分析物を容器から逃がす可能性が生じる。サンプルサイズが 0.25 g より大きいものである場合は、この現象が更にはっきりとする。

3.7 DCV 手法を使うにあたっては、TiO₂, アルミナ, その他の酸化物が完全に融解しない場合がある。目標検体の封鎖があるかもしれない。

3.8 大きな高分子材料品から機械的に切り取った小片をサンプリングすることが、この方法では許容されるが、清浄な方法で行うことは困難である。結果を確かなものにするためには複数のサンプリング、分離、調合手法が必要である。

3.9 本書は国際法、国の法律、地域の条例、規則、法規に取って代わろうとするものではない。その方法がそれぞれの地域での法的要求条件に確実に合致するよう法典、規則、法規を顧慮すること。

4 参照スタンダード

4.1 SEMI スタンダード

SEMI F40 — Practice for Preparing Liquid Chemical Distribution Components for Chemical Testing

4.2 ASTM スタンダード¹

ASTM D4375 — Standard Practice for Basic Definitions, Notation, and Symbolology for Statistics in Committee D19 on Water

注 1: 記載又は改訂されように、引用される全ての文書は、採用される規格の最新版でなければならない。

5 用語

5.1 頭文字語と略語

5.1.1 AAS/GFAAS — 原子吸光分光法/黒鉛ルツボ原子吸光法

5.1.2 amu — 原子質量単位

5.1.3 DCV — 密閉容器内での温浸

5.1.4 DDA — 無水灰による温浸

5.1.5 GFAAS — 黒鉛ルツボ原子吸光法

5.1.6 ICP-AES — 誘導結合プラズマ原子発光分光法

5.1.7 ICP-MS — 誘導結合プラズマ質量分光法

5.1.8 ppb — 質量で 10 億分の 1 (ng/g)

5.1.9 ppm — 質量で 100 万分の 1 (μ g/g)

5.1.10 UPW — 超純水(9.4 項参照)

6 試験方法の概要

6.1 SEMI F40 を使用して前もって調合されたサンプルは灰化されるか、温浸装置内の圧力下で温浸され、残渣中の微量の無機物が酸と UPW に分解される。次にサンプルを ICP-MS, GFAAS, 及び又は ICP-AES で分析し、材料の無機物の含有量を測定する。この方法は不揮発性金属(例えば、アルカリ金属、アルカリ土類、遷移金属)のみに適用される。

6.2 それぞれの試験から得られた結果を比較して、異なる材料中の無機物含有量や、異なるメーカーの同材料に含まれている無機物含有量を決定することができる。

7 意義と用途

7.1 プロセス流体供給装置または直接ウェーハに接触する製品に使用される高分子材料の金属汚染濃度を測定することが、材料の適合性を決定する上で重要な判断基準となる。例えば、供給装置の部品により汚染された超純水がマイクロエレクトロニクス等のプロセスに悪影響を与える可能性がある。

¹ American Society for Testing and Materials, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103
(国内連絡先) 日本規格協会 〒107-0052 東京都港区赤坂 4-1-24 03-3583-8003

7.2 この方法により、材料の大部分に含まれている不純物の全量を測定することができる。これらの不純物は必ずしもプロセス流体中に浸出するとは限らない。

8 装置

8.1 マッフル炉 — 最低でも 700°C までの温度制御ができ、空気循環を制御する手段を具備していること。

8.2 マイクロ波マッフル炉

8.3 ルツボ — プラチナか石英製で 30 mL の容量をもっていること。

8.4 ICP-MS

8.5 GFAAS

8.6 ICP-AES — 同時または逐次読み取り型。

8.7 化学煙霧フード

8.8 プロパントーチもしくは最低 650°C の適切な熱源

8.9 少なくとも 30 バール (435 psi) の圧力下で温浸させる温度制御機能付きシステム。これは実験室用のマイクロウェーブを使用するシステムあるいは他の熱源を使用するシステムでもよい。

8.9.1 マイクロウェーブ温浸システムの場合、化学反応の適切な温度制御を有する実験室用マイクロウェーブタイプ活物分解システムを用いること。クローズドマイクロウェーブシステムは制御された圧力解放機構を具備していなければならない。

8.9.2 適切な容積の、化学的に不活性な適切な材質の温浸容器を使用しする。容器に圧力を加える場合、最低 30 atm (30 バール, 435 psi) の耐圧をもち、試薬と温浸生成物の制御された圧力解放機構を具備していなければならない。

注 2: マイクロ波のメーカーが承認した容器のみを使用のこと。

8.9.3 実験用マイクロ波温浸装置の場合、全ての容器に対しマイクロ波の均等照射を補償する振動ターンテーブルを具備していること。

8.9.4 ろ紙: 定性的なもの、もしくは同等のもの。

8.9.5 フィルター漏斗: ポリプロピレン、ポリエチレンまたは同等のもの。

8.10 測容フラスコ: 20 mL または 50 mL、もしくは同等のもの。

8.11 化学天秤は、サンプルを ± 0.0001 g または適切な精度で計量できる適切な容量のものであること。オプションとして、ある種の容器についてマイクロ波処

理の前後で密封性を評価するために、適切な精密天秤で計量してもよい。

9 素材

9.1 アルゴンガス: 99.99% 以上の純度

9.2 標準と基準材料

9.2.1 多元素標準溶液を調合する際は貯蔵溶液として NIST 標準, NIST² にトレーサブルな標準, もしくは他の適切な国際規格標準を使用すること。

9.2.2 これらの貯蔵溶液から、多元素の作業用標準溶液を毎日調製する。これは、適切な量の微量金属標準をピペットでとり、望みの濃度に希釈して調製する。

注 3: サンプルに対して使用するのと同量の酸を使用してこれらの作業用標準を調製すること。

9.2.3 確認のためには、できる限りサンプルとマトリックスマッチする適切な国際基準材料を使用すること。

9.3 元素汚染によるブランクレベルを最小にするため、試薬は全て適切な純度または高純度 (酸の例では、可能であれば沸点以下で蒸留する) であること。試薬の純度に疑問がある場合は、分析を行って不純物混入レベルを調べる。使用する試薬ブランクは検出下限未満でなければならない。

9.3.1 各微量金属に対し 1 ppb 未満の超純度塩酸

9.3.2 各微量金属に対し 1 ppb 未満の超純度硝酸

9.4 超純水

9.4.1 この試験の目的のために、水に言及する場合、最大 0.1 ppb 以下の個々の金属と負イオンの不純物混入レベル, 0.1 ppm 以下の不揮発性残渣レベル, 18 メグオーム-cm 以上の抵抗率, 1.0 ppb 未満の反応シリカ不純物という定義付けの超純水を意味する。

10 注意事項

10.1 安全に関する注意事項

10.1.1 この試験方法は危険な材料、操作、器機を必要とする場合がある。この試験方法はその使用に関連して安全に関する考慮を扱うことを意図していない。適切な安全と健康のための対策を確立し、この試験方法を実施する前に規制的な制限の妥当性を決定するのはユーザの責任である。

10.1.2 酸やけどと酸汚染を避けるため、酸の取り扱いと使用には注意すること。酸は処分する前に中和しておくこと。

² National Institute of Standards and Technology, 100 Bureau Dr., Gaithersburg, MD, 20899-001 USA, (301)-975-6478, <www.nist.gov>