(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2007-277152
(P2007-277152A)
(43)公開日　平成19年10月25日(2007.10.25)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
C07F 5/05 (2006.01)		C07F 5/05	B	4H048

審査請求 未請求　請求項の数 10　ＯＬ　（全 16 頁）

(21)出願番号　特願2006-105385 (P2006-105385)
(22)出願日　平成18年4月6日 (2006.4.6)

(71)出願人　000004628
株式会社日本触媒
大阪府大阪市中央区高麗橋４丁目１番１号
(74)代理人　100072349
弁理士　八田　幹雄
(74)代理人　100110995
弁理士　奈良　泰男
(72)発明者　水島　千帆
大阪府吹田市西御旅町５番８号　株式会社日本触媒内
(72)発明者　原田　弘子
大阪府吹田市西御旅町５番８号　株式会社日本触媒内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ボラジン化合物用装置の洗浄方法およびボラジン化合物用装置

(57)【要約】
【課題】一旦ボラジン化合物の合成や保存に使用されたボラジン化合物用装置を、当該装置を用いて次回に合成または保存されるボラジン化合物への不純物や微粒子の混入が最小限に抑制される程度にまで高度に洗浄しうる手段を提供する。
【解決手段】ボラジン化合物用装置の洗浄方法であって、有機化合物を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（Ｉ）と、前記洗浄工程（Ｉ）後に、２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下の水を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（ＩＩ）と、を有する、ボラジン化合物用装置の洗浄方法により、上記課題は解決される。
【選択図】なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
ボラジン化合物用装置の洗浄方法であって、
有機化合物を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（Ｉ）と、
前記洗浄工程（Ｉ）後に、２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下の水を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（ＩＩ）と、
を有する、ボラジン化合物用装置の洗浄方法。
【請求項２】
前記洗浄工程（Ｉ）が、
疎水性有機化合物を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（Ｉ－ｉ）と、
前記洗浄工程（Ｉ－ｉ）後に、親水性有機化合物を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（Ｉ－ｉｉ）と、
を有する、請求項１に記載の洗浄方法。
【請求項３】
前記洗浄工程（ＩＩ）において洗浄された前記装置を乾燥させる乾燥工程をさらに有する、請求項１または２に記載の洗浄方法。
【請求項４】
請求項１～３のいずれか１項に記載の方法により洗浄されたボラジン化合物用装置。
【請求項５】
ボラジン化合物保存用容器である、請求項４に記載のボラジン化合物用装置。
【請求項６】
２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下である水を充填して１時間放置した後の前記水において、ハロゲンイオンの含量の増加量が１００質量ｐｐｂ以下であり、金属元素の含量の増加量が５０質量ｐｐｂ以下であり、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量が１００個／ｍＬ以下である、ボラジン化合物用装置。
【請求項７】
請求項６に記載のボラジン化合物用装置であって、
ボラジン化合物を２５℃にて保存し、３０日間経過後の前記ボラジン化合物の純度低下が０．５質量％以下である、ボラジン化合物用装置。
【請求項８】
請求項６または７に記載のボラジン化合物用装置であって、
ボラジン化合物を２５℃にて保存し、３０日間経過後の前記ボラジン化合物におけるハロゲンイオンの含量の増加量が１００質量ｐｐｂ以下である、ボラジン化合物用装置。
【請求項９】
請求項６～８のいずれか１項に記載のボラジン化合物用装置であって、
ボラジン化合物を２５℃にて保存し、３０日間経過後の前記ボラジン化合物における金属元素の含量の増加量が５０質量ｐｐｂ以下である、ボラジン化合物用装置。
【請求項１０】
請求項６～９のいずれか１項に記載のボラジン化合物用装置であって、
ボラジン化合物を２５℃にて保存し、３０日間経過後の前記ボラジン化合物における０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量が１００個／ｍＬ以下である、ボラジン化合物用装置。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、ボラジン化合物用装置に関する。詳細には、本発明は、ボラジン化合物用装置の洗浄方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
情報機器の高性能化に伴い、ＬＳＩのデザインルールは、年々微細になっている。微細

なデザインルールのＬＳＩ製造においては、ＬＳＩを構成する材料も高性能で、微細なＬＳＩ上でも機能を果たすものでなければならない。

【０００３】

例えば、ＬＳＩ中の層間絶縁膜に用いられる材料に関していえば、高い誘電率は信号遅延の原因となる。微細なＬＳＩにおいては、この信号遅延の影響が特に大きい。このため、層間絶縁膜として用いられ得る、新たな低誘電率材料の開発が所望されていた。また、層間絶縁膜として使用されるためには、誘電率が低いだけでなく、耐湿性、耐熱性、機械的強度などの特性にも優れている必要がある。

【０００４】

かような要望に応えるものとして、分子内にボラジン環骨格を有するボラジン化合物が提案されている（例えば、特許文献１を参照）。ボラジン化合物は分子分極率が小さいため、形成される被膜は低誘電率である。その上、形成される被膜は、耐熱性にも優れる。

【０００５】

ボラジン化合物としては、これまでに種々の化合物が提案されている。例えば、ホウ素部位がアルキル基で置換されたアルキルボラジン化合物は、低誘電率材料として非常に優れた特性を有する（例えば、特許文献２を参照）。

【０００６】

従来、ボラジン化合物はフラスコ等を反応容器として用い、実験室レベルで少量合成されるのみであった。一方、ボラジン化合物の有用性に鑑み、今後の大量生産を念頭に置くと、スケールアップされたより大きな反応容器中で大量に合成する必要が生じることは明らかである。

【０００７】

ここで、工場などの大規模プラントなどにおいてボラジン化合物を大量に合成する場合を考えると、ボラジン化合物と接触しうる装置（例えば、反応装置と精製装置とを連結する配管や、精製装置からボラジン化合物を取り出すための配管など；以下、単に「ボラジン化合物用装置」とも称する）にボラジン化合物およびその他の不純物（例えば、未反応原料由来のハロゲンや副生物）が付着することが予想される。また、長期間に亘ってボラジン化合物を合成すると、配管が腐食し、溶出した金属等が微粒子として付着物中に混入することも予想される。そして、かような付着物を放置したままボラジン化合物の合成を続けると、生成物であるボラジン化合物中に不純物や微粒子が混入し、純度低下などの品質低下をもたらす虞がある。ＬＳＩ中の層間絶縁膜のような半導体分野において、材料に不純物や微粒子が存在すると半導体素子等の特性に悪影響を与えるため、極めて純度の高い品質が要求される。従って、大規模プラントなどにおいてボラジン化合物を大量に合成する際には、定期的にプラントの運転を停止し、装置を開放して洗浄する必要があると考えられる。

【０００８】

従来、化合物の合成装置を洗浄する手段として、例えば、有機化合物を三酸化硫黄ガスでスルホン化または硫酸エステル化する装置に付着した汚れを、高級アルコール類によって洗浄すると有効であることが開示されている（特許文献３を参照）。なお、当該特許文献３において、高級アルコールとしては、アルキル平均炭素鎖長６～１８の高級アルコール（具体的には、ラウリルアルコールやミリスチルアルコールなど）やそのエチレンオキサイド付加物などが例示されている。

【特許文献１】特開２０００－３４０６８９号公報
【特許文献２】特開２００３－１１９２８９号公報
【特許文献３】特開２０００－１２９２９３号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００９】

しかしながら、本発明者らが鋭意検討を行ったところ、前記特許文献３に記載されている技術に従い、高級アルコール類を用いてボラジン化合物用装置を洗浄して、洗浄された

ボラジン化合物用装置を用いて再度ボラジン化合物を合成しても、得られるボラジン化合物中には依然として不純物や微粒子が混入してしまい、純度などの観点から満足のいくボラジン化合物を合成することは困難であることが判明した。また本発明者らは、ボラジン化合物を保存するための保存用容器においても同様の問題が発生しうることを見出した。

【００１０】

そこで本発明は、一旦ボラジン化合物の合成や保存に使用されたボラジン化合物用装置を、当該装置を用いて次回に合成または保存されるボラジン化合物への不純物や微粒子の混入が最小限に抑制される程度にまで高度に洗浄しうる手段を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【００１１】

本発明者らは、上記の課題を解決すべく鋭意研究を行った。その結果、有機化合物を用いて装置を洗浄し、次いで極めて純度の高い水を用いて当該装置を洗浄するという２段階の洗浄手法を採用することで、上記の課題が解決されうることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【００１２】

すなわち、本発明は、ボラジン化合物用装置の洗浄方法であって、有機化合物を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（Ｉ）と、前記洗浄工程（Ｉ）後に、２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下の水を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（ＩＩ）と、を有する、ボラジン化合物用装置の洗浄方法である。

【発明の効果】

【００１３】

本発明によれば、一旦ボラジン化合物の合成や保存に使用されたボラジン化合物用装置が高度に洗浄されうる。その結果、当該装置を用いて次回に合成または保存されるボラジン化合物への不純物や微粒子の混入が最小限に抑制され、合成または保存されるボラジン化合物の純度を長期間に亘って高い値に維持しうる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１４】

以下、本発明の実施の形態を説明する。

【００１５】

本発明は、ボラジン化合物用装置の洗浄方法であって、有機化合物を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（Ｉ）と、前記洗浄工程（Ｉ）後に、２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下の水を用いて前記装置を洗浄する洗浄工程（ＩＩ）と、を有する、ボラジン化合物用装置の洗浄方法である。

【００１６】

まず、「ボラジン化合物」および「ボラジン化合物用装置」について、説明する。

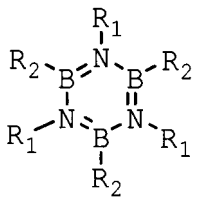
【００１７】

「ボラジン化合物」とは、ボラジン環骨格を有する化合物を意味し、例えば下記化学式１で表される。

【００１８】

【化１】

［化学式１］



【００１９】

式中、各R_1および各R_2は、それぞれ同一であってもよいし異なってもよく、水素原子

またはアルキル基である。アルキル基は、直鎖であっても、分岐であっても、環状であってもよい。アルキル基の有する炭素数は、特に限定されないが、好ましくは１～８個、より好ましくは１～４個、さらに好ましくは１個である。アルキル基の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、シクロプロピル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。これら以外のアルキル基が用いられてもよい。そして、R_2が水素原子である場合のボラジン化合物の例としては、ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリメチルボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリエチルボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｎ－プロピル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｉｓｏ－プロピル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｎ－ブチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｓｅｃ－ブチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｉｓｏ－ブチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｔｅｒｔ－ブチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（１－メチルブチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（２－メチルブチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｎｅｏ－ペンチル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（１，２－ジメチルプロピル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（１－エチルプロピル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリ（ｎ－ヘキシル）ボラジン、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリシクロヘキシルボラジン、Ｎ，Ｎ’－ジメチル－Ｎ”－エチルボラジン、Ｎ，Ｎ’－ジエチル－Ｎ”－メチルボラジン、Ｎ，Ｎ’－ジメチル－Ｎ”－プロピルボラジンなどが挙げられる。また、R_2がアルキル基である場合のボラジン化合物の例としては、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリメチルボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリエチルボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（ｎ－プロピル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（イソプロピル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（ｎ－ブチル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（イソブチル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（ｔｅｒｔ－ブチル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（１－メチルブチル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（２－メチルブチル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（ネオペンチル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（１，２－ジメチルプロピル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（１－エチルプロピル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリ（ｎ－ヘキシル）ボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリシクロヘキシルボラジン、Ｂ，Ｂ’－ジメチル－Ｂ”－エチルボラジン、Ｂ，Ｂ’－ジエチル－Ｂ”－メチルボラジン、Ｂ，Ｂ’－ジメチル－Ｂ”－プロピルボラジンなどが挙げられる。なお、ボラジン化合物の耐水性等の安定性や取扱い性を考慮すると、ボラジン化合物は、ボラジン環骨格の窒素原子にアルキル基が結合したＮ－アルキルボラジンであることが好ましい。

【００２０】

また、ボラジン化合物は、ボラジン環骨格の窒素原子およびホウ素原子の双方がアルキル基で置換された（すなわち、R_1およびR_2の双方がアルキル基である）、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリメチル－Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリメチルボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリメチル－Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリエチルボラジン、Ｂ，Ｂ’，Ｂ”－トリエチル－Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリメチルボラジンなどのアルキルボラジン化合物であってもよい。

【００２１】

なお、ボラジン化合物の合成方法により本発明の技術的範囲が限定されることはなく、従来公知の知見が適宜参照されうる。ここで、上記の化学式１で表されるボラジン化合物の合成方法の一例を挙げると、ABH_4（Ａは、リチウム原子、ナトリウム原子またはカリウム原子である）で表される水素化ホウ素アルカリと、$(RNH_3)_nX$（Ｒは水素原子またはアルキル基であり、Ｘは硫酸基またはハロゲン原子であり、ｎは１または２である）で表されるアミン塩とを、溶媒中で反応させる手法が例示される。

【００２２】

水素化ホウ素アルカリ（ABH_4）において、Ａは、リチウム原子、ナトリウム原子またはカリウム原子である。水素化ホウ素アルカリの例としては、水素化ホウ素ナトリウムおよび水素化ホウ素リチウムが挙げられる。

【００２３】

アミン塩（（ＲＮＨ$_3$）$_n$Ｘ）において、Ｒは水素原子またはアルキル基であり、Ｘは硫酸基またはハロゲン原子である。そして、Ｘが硫酸基である場合にはｎは２であり、Ｘがハロゲン原子である場合にはｎは１である。ｎが２である場合、Ｒは、同一であっても異なっていてもよいことは上述した通りである。合成反応の収率や取り扱いの容易性を考慮すると、Ｒは好ましくは同一のアルキル基である。アルキル基は、直鎖であっても、分岐であっても、環状であってもよい。アルキル基の有する炭素数は、特に限定されないが、好ましくは１～８個、より好ましくは１～４個、さらに好ましくは１個である。アルキル基の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、シクロプロピル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基などが挙げられる。これら以外のアルキル基が用いられてもよい。アミン塩の例としては、塩化アンモニウム（ＮＨ$_4$Ｃｌ）、モノメチルアミン塩酸塩（ＣＨ$_3$ＮＨ$_3$Ｃｌ）、モノエチルアミン塩酸塩（ＣＨ$_3$ＣＨ$_2$ＮＨ$_3$Ｃｌ）、モノメチルアミン臭化水素酸塩（ＣＨ$_3$ＮＨ$_3$Ｂｒ）、モノエチルアミンフッ化水素酸塩（ＣＨ$_3$ＣＨ$_2$ＮＨ$_3$Ｆ）、硫酸アンモニウム（（ＮＨ$_4$）$_2$ＳＯ$_4$）、モノメチルアミン硫酸塩（（ＣＨ$_3$ＮＨ$_3$）$_2$ＳＯ$_4$）が挙げられる。

【００２４】

使用する水素化ホウ素アルカリおよびアミン塩は、合成するボラジン化合物の構造に応じて選択すればよい。例えば、ボラジン環を構成する窒素原子にメチル基が結合しているＮ－メチルボラジンを製造する場合には、アミン塩として、モノメチルアミン塩酸塩などの、Ｒがメチル基であるアミン塩を用いればよい。

【００２５】

水素化ホウ素アルカリとアミン塩との混合比は、特に限定されないが、アミン塩の使用量を１モルとした場合に、水素化ホウ素アルカリの使用量を１～１．５モルとすることが好ましい。

【００２６】

合成用の溶媒としては、特に制限されないが、例えば、テトラヒドロフラン、モノエチレングリコールジメチルエーテル（モノグライム）、ジエチレングリコールジメチルエーテル（ジグライム）、トリエチレングリコールジメチルエーテル（トリグライム）、テトラエチレングリコールジメチルエーテル（テトラグライム）等が挙げられる。

【００２７】

水素化ホウ素アルカリとアミン塩との反応条件は、特に限定されない。反応温度は、好ましくは２０～２５０℃、より好ましくは５０～２４０℃、さらに好ましくは１００～２２０℃である。上記範囲で反応させると、水素発生量の制御が容易である。反応温度は、Ｋ熱電対などの温度センサーを用いて測定されうる。

【００２８】

一方、アルキルボラジン化合物は、出発物質としてＢ，Ｂ’，Ｂ”－トリクロロ－Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリアルキルボラジンなどのハロゲン化ボラジン化合物を原料として、グリニャール試薬を用いて当該化合物の塩素原子をアルキル基で置換することによって合成されうる（Ｄ．Ｔ．ＨＯＷＯＲＴＨ ａｎｄ Ｌ．Ｆ．ＨＯＨＮＳＴＥＤＴ，Ｊ．Ａｍ．Ｃｈｅｍ．Ｓｏｃ．，８２，３８６０（１９６０）を参照）。

【００２９】

合成装置の大きさや種類は、環境や規模に応じて決定されればよい。例えば、大量のボラジン化合物を合成するのであれば、工業的規模の合成装置が用いられうる。

【００３０】

合成されたボラジン化合物は、必要に応じて精製されうる。ボラジン化合物の精製方法としては、例えば、蒸留精製が用いられる。

【００３１】

蒸留精製装置の大きさや種類は、環境や規模に応じて決定されればよい。例えば、大量のボラジン化合物を処理するのであれば、工業的規模の蒸留塔が用いられうる。

【００３２】
蒸留精製の際の温度は特に制限されず、合成されたボラジン化合物の種類に応じて適宜設定されうる。一例を挙げると、通常は１００～１５０℃程度である。
【００３３】
さらに、得られたボラジン化合物の純度を向上させることを目的として、濾過処理などの追加的な処理が施されてもよい。
【００３４】
「ボラジン化合物用装置」とは、ボラジン化合物の合成や保存などの工業的な一連の全ての段階において、ボラジン化合物と接触しうる全ての装置を意味する。例えば、以上の説明において例示したボラジン化合物の合成方法において、ボラジン化合物は、合成装置や蒸留精製装置と接触しうる。また、濾過処理が施される場合には、濾過装置にもまた、ボラジン化合物は接触しうる。さらに、これらの各装置どうしの間をボラジン化合物が流通しうるように各装置間を接続する配管にも、ボラジン化合物は接触しうる。従って、これらの合成装置、蒸留精製装置、濾過装置、配管などは全て、「ボラジン化合物用装置」の概念に包含される。
【００３５】
ただし、ボラジン化合物用装置の形態はこれらのみに限定されない。通常、工業的に合成されたボラジン化合物は、ボラジン化合物保存用容器に充填され、密封状態で保存される。そして、必要に応じ、ボラジン化合物は当該容器に充填された状態で輸送され、輸送先において当該容器から取り出されて、半導体用層間絶縁膜の形成などの目的に使用される。ここで、使用済みのボラジン化合物保存用容器においても同様に、合成装置やその配管などにおける問題が生じうる。すなわち、容器中に充填されたボラジン化合物をその使用時に当該容器から完全に取り出すことはほとんど不可能であるから、一定の割合のボラジン化合物は当該容器中に残存せざるを得ない。そして、容器中に残存したボラジン化合物は、空気中の水分との接触によりＮ－Ｂ結合が加水分解され、分解物（例えば、メチルアミンおよびホウ酸）が不純物として生成してしまう。従って、もともと充填されていたボラジン化合物の純度が極めて高かったとしても、使用済みのボラジン化合物保存用容器を回収する間に不純物が混入してしまうのはやむを得ない。そして、このように回収時に不純物が混入してしまった使用済みのボラジン化合物保存用容器を従来公知の手法を用いて洗浄しても、十分な洗浄を達成することは困難である。その結果、次回に充填されるボラジン化合物中にこれらの不純物が混入してしまい、ボラジン化合物の純度低下などの問題が生じる虞がある。
【００３６】
これに対し、かような使用済みのボラジン化合物保存用容器を本発明の手法により洗浄すると、次回に充填されるボラジン化合物への不純物の混入が最小限に抑制され、充填されるボラジン化合物の純度低下といった問題の発生が防止されうる。従って、本発明における「ボラジン化合物用装置」の概念には、「ボラジン化合物保存用容器」もまた、包含されうる。
【００３７】
続いて、本発明の特徴的な構成である洗浄工程について、洗浄工程（Ｉ）および洗浄工程（ＩＩ）の順に詳細に説明する。
【００３８】
［洗浄工程（Ｉ）］
本工程においては、有機化合物を用いてボラジン化合物用装置を洗浄する。これにより、装置に付着したボラジン化合物その他の有機不純物が有機化合物に溶解して、洗い流される。
【００３９】
本工程において、洗浄に用いられる有機化合物は、ボラジン化合物用装置の洗浄に用いても当該装置や当該装置に接触するボラジン化合物に対して悪影響を及ぼさないものであればよく、その具体的な形態は特に制限されない。洗浄に用いられる有機化合物は、疎水

性であってもよいし、親水性であってもよい。疎水性有機化合物としては、例えば、ｎ－ペンタン、シクロペンタン、ｎ－ヘキサン、シクロヘキサン、ｎ－ヘプタン、メチルシクロヘキサンなどの脂肪族炭化水素化合物；ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素化合物；酢酸エチルなどの脂肪族エステル等が挙げられる。また、親水性有機溶媒としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、ｎ－プロピルアルコール、イソプロピルアルコールなどの低級脂肪族アルコール；アセトンなどの脂肪族ケトン；ジオキサン、テトラヒドロフラン、メトキシ（ポリ）エチレングリコールなどのエーテル化合物；ε－カプロラクタム、Ｎ，Ｎ－ジメチルホルムアミドなどのアミド化合物；ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド化合物；エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ポリエチレングリコール、１，３－プロパンジオール、ジプロピレングリコール、２，２，４－トリメチル－１，３－ペンタンジオール、ポリプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、２－ブテン１，４－ジオール、１，３－ブタンジオール、１，４－ブタンジオール、１，５－ペンタンジオール、１，６－ヘキサンジオール、１，２－シクロヘキサンジメタノール、１，２－シクロヘキサノール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどの多価アルコール化合物等が挙げられる。

【００４０】

これらの有機化合物は１種のみが単独で洗浄に用いられてもよいし、２種以上が混合されて洗浄に用いられてもよい。

【００４１】

洗浄の具体的な形態についても特に制限はなく、化合物の合成や保存に用いられる装置の洗浄に関する従来公知の知見が適宜参照されうる。一例を挙げると、例えばボラジン化合物の合成終了後に合成装置を洗浄する場合には、合成装置内に残留している原料や反応生成物などを系外に排出させて、装置を開放する。次いで、上述したような有機化合物を用いて、合成装置を洗浄すればよい。洗浄の具体的な操作も特に制限されないが、例えばホースやスプレーなどを用いたかけ洗いが例示される。また、かけ洗いが困難な部位の洗浄には、拭き洗いも有効である。なお、かような洗浄操作は、手動で行ってもよいし、半自動化または自動化された装置を用いて行ってもよい。一方、ボラジン化合物保存用容器の洗浄を考えると、上述したようなかけ洗いや拭き洗いも有効であるが、容器内に上述した有機化合物を充填して静置するといった手法が用いられてもよい。また、洗浄される装置に対して必要に応じて振動を加えることで、本工程における洗浄が促進されうる。この際に用いられる加振装置としては、例えば、超音波印加装置などが挙げられるが、これらに限定されることはない。

【００４２】

本工程における有機化合物を用いた洗浄回数についても特に制限はなく、１回でもよいし複数回であってもよいが、有機物（残留ボラジン化合物や副生物など）の十分な除去を達成するという観点からは、有機化合物を用いた洗浄回数は、好ましくは２～５０回であり、より好ましくは３～１０回である。なお、洗浄回数が多すぎると、洗浄回数の増加に見合っただけの洗浄効果が得られない虞がある。

【００４３】

本工程において、有機化合物が洗浄に供される際の温度は特に制限されないが、好ましくは０～７０℃であり、より好ましくは０～５０℃であり、さらに好ましくは１０～３０℃である。かような範囲内の温度の有機化合物を用いて洗浄を行うことで、優れた洗浄効率が達成されうる。

【００４４】

本工程において、洗浄に用いられる有機化合物の使用量も特に制限されないが、洗浄面積あたりの使用量として、好ましくは０．１～１０．０ｍＬ／ｃｍ^{2}であり、より好ましくは０．２～５．０ｍＬ／ｃｍ^{2}であり、さらに好ましくは０．２～２．０ｍＬ／ｃｍ^{2}である。有機化合物の使用量をかような範囲内の値とすることで、洗浄コストの高騰を招くことなく十分な洗浄が達成されうる。

【００４５】
本工程の好ましい形態においては、まず、疎水性有機化合物を用いてボラジン化合物用装置を洗浄した後、親水性有機化合物を用いて当該装置を洗浄する。かような形態によれば、疎水性有機化合物を用いた洗浄により同じく疎水性の残留ボラジン化合物や疎水性の不純物（例えば、副生物など）が洗浄され、続いて親水性有機化合物を用いた洗浄により、親水性の不純物（例えば、副生物など）が洗浄される。そして、後述する洗浄工程（ＩＩ）における水を用いた洗浄へと洗浄操作がスムーズに移行しうる。すなわち、親水性有機化合物による洗浄後に洗浄工程（ＩＩ）で水を用いて洗浄することで、洗浄に用いた親水性有機化合物の除去が十分に達成されうる。
【００４６】
当該形態において、疎水性有機化合物および親水性有機化合物のそれぞれによる洗浄回数や、それぞれの化合物の使用量の割合は特に制限されず、洗浄が必要な不純物の種類や量に応じて適宜決定されうる。好ましい一例を挙げると、疎水性有機化合物による洗浄回数は、好ましくは２～５０回であり、より好ましくは３～１０回である。また、親水性有機化合物による洗浄回数は、好ましくは２～５０回であり、より好ましくは３～１０回である。なお、洗浄回数が多すぎると、洗浄回数の増加に見合っただけの洗浄効果が得られない虞がある。また、使用量の割合の好ましい一例を挙げると、疎水性有機化合物：親水性有機化合物の体積比として、好ましくは１：０．５～１：４であり、より好ましくは１：１～１：２である。ただし、これらの範囲を外れる形態が採用されても、勿論よい。なお、上記体積比は、疎水性有機化合物および親水性有機化合物の少なくとも一方による洗浄が複数回行われる場合には、複数回の使用量の合計値に基づいて算出するものとする。
【００４７】
なお、洗浄工程（Ｉ）の終了後、洗浄工程（ＩＩ）に移行するにあたって、洗浄工程（Ｉ）で用いられた有機化合物を洗い流す目的で、追加的な洗浄処理を行ってもよい。かような洗浄処理には、例えば、一般的な純水が用いられうる。
【００４８】
［洗浄工程（ＩＩ）］
本工程においては、上述した洗浄工程（Ｉ）後に、純度の高い所定の水を用いてボラジン化合物用装置を洗浄する。これにより、主に装置に付着した不純物（例えば、ハロゲンや金属元素、その他の微粒子など）が、洗い流される。
【００４９】
本工程において洗浄に用いられる水は、２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下、好ましくは０．５μＳ／ｃｍ以下、より好ましくは０．１μＳ／ｃｍ以下、さらに好ましくは０．０６μＳ／ｃｍ以下の値を示す。かような形態の水は不純物含有量が極めて少ない。従って、かような水を用いて洗浄工程（ＩＩ）を行うことにより、洗浄工程（Ｉ）において洗浄されなかった不純物や微粒子などが除去され、さらに洗浄工程（Ｉ）において洗浄の目的で用いられた有機化合物もまた、洗い流される。その結果、洗浄された装置に対して次回にボラジン化合物が接触した際の当該ボラジン化合物への不純物の混入が最小限に抑制されうる。ここで、純度の高い水を洗浄に用いるという観点からは、用いられる水の電気伝導率の下限値は特に限定されず、低いほどよいが、入手の困難性などを考慮すると、当該電気伝導率は０．０５６μＳ／ｃｍ以上であれば十分である場合も多い。なお、本明細書において、「２５℃における水の電気伝導率」の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。
【００５０】
上述した所定の電気伝導率を示す水の入手経路は、特に制限されない。かような水が商品として市販されている場合には、当該商品を購入することにより用いてもよいし、市販されている装置を用いて低純度の水の純度を向上させてもよい。
【００５１】
本工程において洗浄のために用いられる水は電気伝導率が上述した範囲内の値を示すことが必須であるが、より好ましい形態においては、含まれる粒子の含量もまた規定される

。すなわち、当該形態においては、本工程において用いられる水における０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量が１００個／ｍＬ以下であり、より好ましくは５０個／ｍＬ以下であり、さらに好ましくは１０個／ｍＬ以下である。かような形態の水を用いて洗浄工程（ＩＩ）を行うことにより、洗浄工程（ＩＩ）における洗浄効率がより一層向上しうる。ここで、純度の高い水を洗浄に用いるという観点からは、用いられる水における前記粒子の含量の下限値は特に限定されず、低いほどよい。なお、本明細書において、「水における０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量」の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。かような粒子の含量が少ない水の入手経路についても特に制限されない。かような水が商品として市販されている場合には、当該商品を購入することにより用いてもよいし、市販されている装置を用い、例えば濾過などの手段によって粒子含量の低い水を得てもよい。

【００５２】

本工程における洗浄の具体的な形態についても特に制限はなく、化合物の合成や保存に用いられる装置の洗浄に関する従来公知の知見が適宜参照され、例えば洗浄工程（Ｉ）について上述した形態が同様に採用されうる。

【００５３】

本工程における水を用いた洗浄回数についても特に制限はなく、１回でもよいし複数回であってもよいが、不純物や微粒子の十分な除去を達成するという観点からは、水を用いた洗浄回数は、好ましくは２～５０回であり、より好ましくは３～１０回である。なお、洗浄回数が多すぎると、洗浄回数の増加に見合っただけの洗浄効果が得られない虞がある。

【００５４】

本工程において、水が洗浄に供される際の温度は特に制限されないが、好ましくは０～７０℃であり、より好ましくは２０～６０℃であり、さらに好ましくは２０～５０℃である。かような範囲内の温度の水を用いて洗浄を行うことで、優れた洗浄効率が達成されうる。

【００５５】

本工程において、洗浄に用いられる水の使用量も特に制限されないが、洗浄面積あたりの使用量として、好ましくは０．２～１０．０ｍＬ／ｃｍ^{2}であり、より好ましくは０．２～５．０ｍＬ／ｃｍ^{2}であり、さらに好ましくは０．２～２．０ｍＬ／ｃｍ^{2}である。水の使用量をかような範囲内の値とすることで、洗浄コストの高騰を招くことなく十分な洗浄が達成されうる。

【００５６】

可能であれば、本工程は、所定のクリーン度（清浄度クラス）を有するクリーンルーム内において行われることが好ましい。本形態は、ボラジン化合物用装置がボラジン化合物保存用容器である場合に特に好適である。具体的には、本工程は、クラス１００００よりも清浄なクリーンルーム内で行われることが好ましい。なお、本明細書において「クリーン度（清浄度クラス）」とは、ＦＥＤ－ＳＴＤ－２０９Ｄ（米国連邦規格、１９８８年）による値を採用するものとする。当該規格において、「クリーン度（清浄度クラス）」とは、１ｆｔ^{3}あたりの０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の個数として定義される。従って、例えば「クラス１００００よりも清浄なクリーンルーム」とは、雰囲気中の０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の個数が１００００個／ｆｔ^{3}以下のクリーンルームを意味する。なお、本工程は、クラス１０００よりも清浄なクリーンルーム内で行われることがより好ましく、クラス１００よりも清浄なクリーンルーム内で行われることがさらに好ましい。

【００５７】

上述したように、洗浄工程（ＩＩ）では水を用いてボラジン化合物用装置を洗浄するが、この際に用いた水が当該装置に残留していると、次回に当該装置を用いて合成または保存されるボラジン化合物との接触により当該ボラジン化合物が分解してしまう虞がある。かような観点から、本発明においては、洗浄工程（ＩＩ）において洗浄されたボラジン化

合物用装置を乾燥させる乾燥工程をさらに有することが好ましい。

【００５８】

乾燥工程に用いられる乾燥手段は特に制限されず、化合物の合成や保存に用いられる装置の洗浄後の乾燥に従来用いられている形態が同様に採用されうる。例えば、乾燥機を用いた乾燥や、ケミカルクリーンレベルの不活性ガス（例えば、窒素など）を噴射することによる乾燥などが例示されうる。

【００５９】

以上説明した通り、本発明の洗浄方法によれば、洗浄工程（Ｉ）および洗浄工程（ＩＩ）によりボラジン化合物用装置の洗浄を行うことで、一旦ボラジン化合物の合成や保存に使用されたボラジン化合物用装置が高度に洗浄されうる。その結果、当該装置を用いて次回に合成または保存されるボラジン化合物への不純物や微粒子の混入が最小限に抑制され、合成または保存されるボラジン化合物の純度を長期間に亘って高い値に維持しうる。

【００６０】

従って、本発明によれば、上述した本発明の洗浄方法により洗浄されたボラジン化合物用装置が提供され、より好ましい形態においては、当該ボラジン化合物用装置はボラジン化合物を保存するためのボラジン化合物保存用容器である。

【００６１】

ここで、ボラジン化合物保存用容器のサイズや材質などの形態は特に制限されず、従来公知の知見が適宜参照されうる。実験室レベルで合成された少量のボラジン化合物を保存するためには、小さい保存用容器を用いればよい。また、工業レベルで合成された大量のボラジン化合物を保存するためには、大きい保存用容器を用いればよい。

【００６２】

保存用容器の材質については、例えば、ステンレス、ハステロイなどの金属材料、ポリテトラフルオロエチレン（ＰＴＦＥ）などのプラスチック材料等が採用されうる。なかでも、耐圧圧力が高いという観点からは、容器はステンレスから構成されることが好ましい。また、保存用容器の耐蝕性をより一層向上させる目的で、上記の金属等の材料から構成される容器の内面を樹脂でコーティングするとよい。この際、コーティングに用いられる樹脂は特に制限されないが、例えば、ポリテトラフルオロエチレン（ＰＴＦＥ）、ポリプロピレンなどが例示される。なかでも、耐蝕性の向上効果が優れるという観点からは、ＰＴＦＥを用いてコーティングすることが好ましい。ここで、樹脂コーティングのコーティング厚さについては特に制限はないが、好ましくは１０～３０００μｍであり、より好ましくは５００～１０００μｍである。

【００６３】

さらに、保存用容器は密封可能であることが好ましく、容器を密封可能とする手段としては、例えば、容器の一部にバルブを設ける形態が例示される。

【００６４】

本発明の洗浄方法により洗浄されたボラジン化合物用装置は、有機化合物および高純度の水を用いることにより、極めて高度に洗浄されている。この清浄の程度は、例えば、以下のパラメータにより規定されうる。すなわち、本発明により提供される（好ましくは、本発明の洗浄方法により洗浄された）ボラジン化合物用装置（例えば、ボラジン化合物保存用容器）は、２５℃における電気伝導率が１μＳ／ｃｍ以下である水を充填して１時間放置した場合に、１時間放置後の水におけるハロゲンイオン（例えば、塩化物イオン、臭化物イオンなど）の含量の増加量が好ましくは１００質量ｐｐｂ以下であり、より好ましくは５０質量ｐｐｂ以下であり、さらに好ましくは１０質量ｐｐｂ以下である。ここで、ハロゲンイオンの含量の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。また、１時間放置後の水における金属元素（例えば、ナトリウム、カルシウム、アルミニウム、ニッケル、クロム、亜鉛、カリウムなど）の含量の増加量が好ましくは５０質量ｐｐｂ以下であり、より好ましくは２０質量ｐｐｂ以下であり、さらに好ましくは１０質量ｐｐｂ以下である。ここで、金属元素の含量の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。さらに、１時間放置後

の水における０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量は、好ましくは１００個／ｍＬ以下であり、より好ましくは５０個／ｍＬ以下であり、さらに好ましくは１０個／ｍＬ以下である。ここで、当該粒子の含量の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。

【００６５】

なお、本明細書において、「水におけるハロゲンイオンの含量」および「水における金属元素の含量」の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。また、複数のハロゲンイオンまたは金属元素が水やボラジン化合物（後述する形態を参照）に含まれる場合、その含量としては、複数のハロゲンイオンの含量の合計値または複数の金属元素の含量の合計値を採用するものとする。また、これらのパラメータの測定において、ボラジン化合物保存用容器に充填される水の量は、容器体積に対して１０％以上であり、好ましくは３０％以上であり、より好ましくは５０％以上である。なお、ボラジン化合物用装置のうち、ボラジン化合物保存用容器のような密封可能な装置については、装置に水を充填した後に当該装置を密封して上述した種々のパラメータを測定すればよいが、例えば配管等の密封が困難な装置については、同等の清浄度を有する２つの密封可能な容器を準備してその双方に同量の水を充填し、２つの装置の一方に上記のパラメータの測定を希望する装置を浸漬させて上記のパラメータを測定し、他方の容器に充填された水における上記のパラメータをコントロール（比較対照）として、当該配管におけるパラメータ値とすればよい。

【００６６】

さらに、本発明により提供される（好ましくは、本発明の洗浄方法により洗浄された）ボラジン化合物用装置がボラジン化合物保存用容器である場合には、当該容器を洗浄後に充分に乾燥させた後、ボラジン化合物を保存すると、極めて純度低下が小さい値に制御されうる。この程度は、例えば、以下のパラメータにより規定されうる。すなわち、本発明により提供されるボラジン化合物保存用容器に、ボラジン化合物を２５℃にて保存し、３０日間経過した後において、当該ボラジン化合物の純度低下は、好ましくは０．５質量％以下であり、より好ましくは０．３質量％以下であり、さらに好ましくは０．１質量％以下である。なお、「ボラジン化合物の純度低下が０．５質量％である」とは、例えば保存開始時のボラジン化合物の純度が９９．８質量％である場合には、２５℃にて６０日間保存後のボラジン化合物の純度が９９．３質量％であることを意味する。つまり、「純度低下」とは、保存前後の相対値ではなく、ボラジン化合物の絶対純度の低下を意味する。なお、ボラジン化合物の純度の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。

【００６７】

また、本発明により提供されるボラジン化合物保存用容器は、他のパラメータによっても規定されうる。すなわち、本発明により提供されるボラジン化合物保存用容器に、ボラジン化合物２５℃にて保存し、３０日間経過した後において、当該ボラジン化合物におけるハロゲンイオン（例えば、塩化物イオン、臭化物イオンなど）の含量の増加量は好ましくは１００質量ｐｐｂ以下であり、より好ましくは５０質量ｐｐｂ以下であり、さらに好ましくは２０質量ｐｐｂ以下である。なお、保存後のボラジン化合物におけるハロゲンイオンの含量の絶対値は特に制限されないが、好ましくは１０ｐｐｍ以下であり、より好ましくは１ｐｐｍ以下であり、さらに好ましくは２００ｐｐｂ以下である。ここで、ボラジン化合物におけるハロゲンイオンの含量の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。また、当該ボラジン化合物における金属元素（例えば、ナトリウム、カルシウム、アルミニウム、ニッケル、クロム、亜鉛、カリウムなど）の含量の増加量は好ましくは５０質量ｐｐｂ以下であり、より好ましくは２０質量ｐｐｂ以下であり、さらに好ましくは１０質量ｐｐｂ以下である。なお、保存後のボラジン化合物における金属元素の含量の絶対値は特に制限されないが、好ましくは１０ｐｐｍ以下であり、より好ましくは１ｐｐｍ以下であり、さらに好ましくは２００ｐｐｂ以下である。ここで、ボラジン化合物における金属元素の含量の値としては、後述する実施例に記載

の手法により測定される値を採用するものとする。さらに、当該ボラジン化合物における０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量は、好ましくは１００個／ｍＬ以下であり、より好ましくは５０個／ｍＬ以下であり、さらに好ましくは１０個／ｍＬ以下である。ここで、当該粒子の含量の値としては、後述する実施例に記載の手法により測定される値を採用するものとする。

【実施例】

【００６８】

以下、実施例を用いて本発明の実施の形態をより詳細に説明するが、本発明の技術的範囲は下記の形態のみには制限されない。

【００６９】

＜実施例＞

まず、ボラジン化合物用装置として、ＳＵＳ３１６Ｌ製ボラジン化合物保存用容器（２Ｌ）を準備した。

【００７０】

［洗浄工程（Ｉ）］

次いで、ｎ－ヘキサン（疎水性有機化合物）を用いて、準備した容器をかけ洗いにより洗浄した（１００ｍＬ×３回）。

【００７１】

続いて、イソプロピルアルコール（親水性有機化合物）を用いて、準備した容器をかけ洗いにより洗浄した（１００ｍＬ×３回）。その後、純水を用いて、当該容器をかけ洗いにより洗浄した（１００ｍＬ×１０回）。

【００７２】

［洗浄工程（ＩＩ）］

超純水製造装置（日本ミリポア株式会社製：Ｍｉｌｌｉ－Ｑ　Ｅｌｅｍｅｎｔ　Ａ－１０）を用いて、本工程において洗浄に用いるための水（以下、「超純水」とも称する）を準備した。準備した超純水は、超純水製造装置に内蔵された電気伝導率計によれば、２５℃にて０．０５５μＳ／ｃｍの電気伝導率を示した。また、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量を測定したところ、２個／ｍＬであった。なお、「電気伝導率」の値は、以下の手法により測定した。また、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の測定には、レーザー光散乱を利用したパーティクルカウンター（パーティクル　メジャリング　システムズ　インコーポレイテッド社（ＰＭＳ社）製；ＡＺ－ＳＯ２／ＬＳ－２００）を用いた。

【００７３】

洗浄工程（Ｉ）で洗浄されたボラジン化合物保存用容器を、クラス１０００のクリーンルーム内において、上記で得られた超純水を用いてかけ洗いにより洗浄した（３００ｍＬ×３回）。

【００７４】

＜評価＞

上述した実施例において洗浄したボラジン化合物保存用容器内に超純水を充填し、１時間放置した。１時間放置後の超純水におけるハロゲンイオンの含量、金属元素の含量、および０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量をそれぞれ測定し、充填前の洗浄に用いた超純水における対応する値から、１時間放置後のそれぞれの値の増加量を算出した。その結果、ハロゲンイオンの含量の増加量は５質量ｐｐｂであり、金属元素の含量の増加量は３質量ｐｐｂであり、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量は２個／ｍＬであった。

【００７５】

なお、超純水におけるハロゲンイオンの含量の測定には、イオンクロマトグラフィであるＩＣＳ－１５００（日本ダイオネクス株式会社製）を用いた。また、金属元素の含量の測定には、ＩＣＰ－ＭＳ（高周波発光質量分析器）であるＥＬＡＮ　ＤＲＣＩＩ（株式会社パーキンエルマージャパン製）を用いた。さらに、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子

の含量の測定にはレーザー光散乱を利用したパーティクルカウンター（パーティクル　メジャリング　システムズ　インコーポレイテッド社（ＰＭＳ社）製；ＬＩＱＵＩＬ　ＡＺ－ＳＯ２／ＬＳ－２００）を用いた。

【００７６】

続いて、容器中に充填された超純水を抜き出し、クラス１００のクリーンオーブン中で６０℃にて２４時間乾燥させた。

【００７７】

クラス１０のクリーングローブボックス内で、ボラジン化合物である純度９９．９質量％のＮ，Ｎ’，Ｎ”－トリメチルボラジンを乾燥後の容器に充填し、３０日間経過後の当該ボラジンにおけるハロゲンイオンの含量、金属元素の含量、および０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量、並びに当該ボラジン化合物の純度をそれぞれ測定し、充填前の当該ボラジン化合物における対応する値から、３０日間経過後のそれぞれの値の変化量を算出した。その結果、ハロゲンイオンの含量の増加量は１７質量ｐｐｂであり、金属元素の含量の増加量は７質量ｐｐｂであり、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量は５個／ｍＬであり、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリメチルボラジンの純度低下は０．０１質量％であった。

【００７８】

なお、ボラジン化合物におけるハロゲンイオンの含量および金属元素の含量の測定は以下の手法により行った。まず、ハロゲンイオンの含量については、ボラジン化合物をメチルアルコール（関東化学株式会社製；電子工業用メチルアルコール）で２０倍に希釈分解させ、さらに超純水で分解物を２０倍に希釈することにより分析用加水分解液を調製する。この液を、陽イオン吸着カラムを通過させた後、イオンクロマトグラフィであるＩＳＣ－１５００（日本ダイオネクス株式会社製）を用いて測定した。

【００７９】

また、金属元素の含量については、上記と同様にメチルアルコールで２０倍に希釈分解後、さらに２質量％硝酸水溶液（多摩化学工業株式会社製；硝酸　ＴＡＭＡＰＵＲＥ－ＡＡ－１００を超純水で希釈することにより調製）で分解物を１０倍に希釈することにより分析用加水分解液を調製する。この液を、ＩＣＰ－ＭＳ（高周波発光質量分析器）であるＥＬＡＮ　ＤＲＣＩＩ（株式会社パーキンエルマージャパン製）を用いて測定した。

【００８０】

さらに、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の測定には上記と同様の手法を用いた。

【００８１】

なお、ボラジン化合物の純度は、ガスクロマトグラフィを用いて測定した。測定条件は以下の通りである。

【００８２】

装置：株式会社島津製作所製　ＧＣ－１４Ｂ
カラム：株式会社日立サイエンスシステムズ　Ｕｌｔｒａ　Ａｌｌｏｙ（８Ｈ）
キャリアガス：窒素
キャリアガス流量：３．０ｍＬ／分
試料注入温度：３００℃
検出器温度：３００℃
試料注入量：０．２μＬ
カラム温度：５０℃（５分）→２０℃／分の昇温速度で２５０℃まで昇温
→１０℃／分の昇温速度で３００℃まで昇温→３００℃（１０分）

＜比較例＞

洗浄工程（Ｉ）を行わなかったこと以外は、上記の実施例と同様の手法により、ボラジン化合物保存用容器を洗浄し、各種評価を行った。

【００８３】

その結果、当該容器に超純水を充填して１時間放置後の当該水におけるハロゲンイオン

の含量の増加量は８３０質量ｐｐｂであり、金属元素の含量の増加量は１１０質量ｐｐｂであり、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量は４６００個／ｍＬであった。

【００８４】

また、ボラジン化合物を充填して３０日間経過後の当該ボラジン化合物におけるハロゲンイオンの含量の増加量は９８０質量ｐｐｂであり、金属元素の含量の増加量は１２０質量ｐｐｂであり、０．５μｍ以上の粒径を有する粒子の含量の増加量は１３０００個／ｍＬであり、Ｎ，Ｎ’，Ｎ”－トリメチルボラジンの純度低下は２．１質量％であった。

【００８５】

以上の実施例および比較例に示す結果から、本発明のボラジン化合物用装置の洗浄方法によれば、当該装置が極めて高度に洗浄され、次回に保存されるボラジン化合物への不純物や微粒子の混入が最小限に抑制されうることが示される。

フロントページの続き

(72)発明者　神山　卓也
大阪府吹田市西御旅町５番８号　株式会社日本触媒内
Ｆターム(参考) 4H048 AA02　AA04　VA77