

アルゴン中微量水分標準の不確かさ低減に関する研究

Re-evaluation of uncertainty for the trace-moisture standard in argon

産総研 ○天野 みなみ, 阿部 恒

NMIJ/AIST

E-mail: minami-amano@aist.go.jp

半導体デバイスの製造工程では超高純度ガスが大量に使用されており、これらのガス中に不純物としてごくわずかに含まれる水分は、物質質量分率で ppb~ppm のオーダーであっても製品の性能に悪影響を与える。このため、製造工程には多数の微量水分計が導入され、ガス中微量水分の測定・管理が行われている。信頼性の高い計測結果を得るためには、十分な性能を有する水分計の選定、およびその校正や性能評価が不可欠である。これまでの研究の中で、半導体材料ガスとして特に使用量の多い窒素・アルゴン・酸素・ヘリウムについて、微量水分計の校正や性能試験を行うための基準となるガス中微量水分標準の開発を行ってきた。ガス中微量水分の発生には、拡散管法による水分発生と乾燥ガスによる二段階希釈を組み合わせた、「多種ガス用微量水分発生装置」(図1)を用いている。発生可能な水分濃度範囲は窒素で 10 ppb~5 ppm、アルゴン・酸素・ヘリウムで 10 ppb~1 ppm となっている。発生水分濃度は式(1)で与えられる。

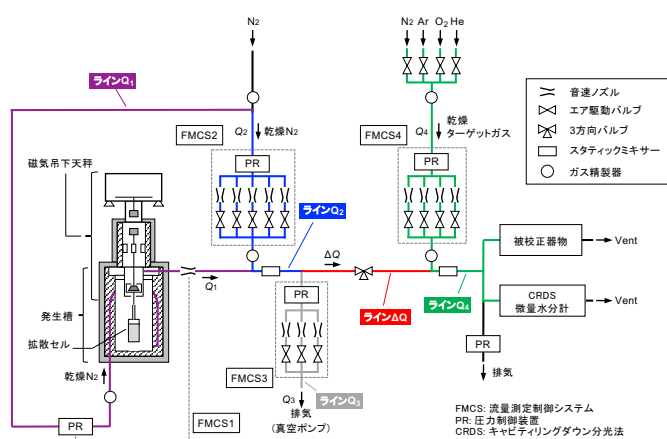


図1 多種ガス用微量水分発生装置

$$x_w = \frac{\left(N + N_{bf} + \frac{x_{b1}Q_1}{1-x_{b1}} + \frac{x_{b2}Q_2}{1-x_{b2}}\right) \times \frac{\Delta Q}{Q_1 + Q_2} + N_{b4} + \frac{x_{b4}Q_4}{1-x_{b4}}}{\Delta Q + Q_4 + \left(N + N_{bf} + \frac{x_{b1}Q_1}{1-x_{b1}} + \frac{x_{b2}Q_2}{1-x_{b2}}\right) \times \frac{\Delta Q}{Q_1 + Q_2} + N_{b4} + \frac{x_{b4}Q_4}{1-x_{b4}}} \quad (1)$$

ここで、 N は発生槽内での水分蒸発速度、 $Q_1 \sim Q_4$ は希釈用乾燥ガス流量、 ΔQ は排気後のガス流量、 N_{bf} はライン Q_1 、 Q_2 、 ΔQ における吸着/脱離水分、 N_{b4} はライン Q_4 における吸着/脱離水分、 x_{bi} ($i=1 \sim 4$) はライン Q_i を流れる乾燥ガス中残留水分とする。

これまで、アルゴン中微量水分標準の相対拡張不確かさ ($k=2$) は、標準値 10 ppb で 11%、1 ppm で 8.3% となっていた。本研究は、不確かさの再評価を行い、標準値 10 ppb と 1 ppm における相対拡張不確かさを 2.7% に、1 ppm では約 1.5% に低減した。不確かさの評価表を表 1 に示す。本発表では、式 (1) の中で最も重要な不確かさ要素である N_{b4} と x_b を中心に、評価方法や評価結果について述べる。

表1 アルゴン中微量水分標準の不確かさ評価表

標準値	10.0	20.0	50.0	100	500	1000
不確かさ要素						
N	0.0091	0.0188	0.0479	0.0964	0.4840	0.9686
Q_1	0.0002	0.0008	0.0056	0.0158	0.3592	1.7458
Q_2	0.0163	0.0332	0.0807	0.1579	0.5132	0.0000
Q_4	0.0163	0.0337	0.0858	0.1721	0.8639	1.7318
ΔQ	0.0652	0.1346	0.3427	0.6876	3.4508	6.9176
N_{bf}	0.0008	0.0017	0.0043	0.0086	0.0432	0.0864
N_{b4}	0	0	0	0	0	0
x_{b1}	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0002	0.0005
x_{b2}	0.0005	0.0004	0.0004	0.0005	0.0004	0.0000
x_{b4}	0.1168	0.1169	0.1169	0.1166	0.1165	0.1167
標準不確かさ	0.136	0.185	0.384	0.74	3.65	7.4
拡張不確かさ	0.27	0.37	0.77	1.5	7.3	15
相対拡張不確かさ ($k=2$)	2.7%	1.9%	1.5%	1.5%	1.5%	1.5%