

SEMI F33-0708

気圧イオン化質量分析計 (APIMS) の較正のためのテスト方法

NOTICE: This translation is a REFERENCE COPY ONLY. If differences should exist between the English version and a translation in any other language, the English version is the official and authoritative version.

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 スタンダード日本語翻訳版をご利用にあたっての注釈を本文の末尾に記載しております(「すべきである」「しなければならない」について等)。

本スタンダードは、Gases Global Technical Committee で技術的に承認されている。現版は 2008 年 5 月 13 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2008 年 6 月に www.semi.org で。

NOTICE: This Standard or Safety Guideline has an Inactive Status because the conditions to maintain Current Status have not been met. Inactive Standards or Safety Guidelines are available from SEMI and continue to be valid for use.

1 目的

1.1 このテスト方法は、窒素、アルゴン、ヘリウムおよび水素に含まれる不純物を測定するための APIMS の較正に関するガイドラインを提供する。現在、APIMS は、ガス供給システムと構成部品の中に存在する低いレベルの不純物を測定するための選ばれた技術である。その理由は、APIMS は、本質的には ppt 不純物分析を行える唯一商業的に利用可能な方法であり、優れた応答時間を実現することができるためである。この方法は、この時点では商業的に利用可能ではないかもしれない、APIMS と同様の検出限界と応答時間を備えたその他の技術を適用するためのガイドラインを提供する場合もある。

2 範囲

2.1 この方法は、100 ppt の目標不純物範囲から 200 ppb の不純物範囲と同程度までの APIMS の検体較正に適用される。実際の較正範囲は、実施すべき測定によって、対象となる不純物測定を一まとめにする必要がある。その他のいずれも較正の範囲外である。

注意: このスタンダードおよび安全ガイドラインはその使用に関連した全ての安全上の問題を取り扱うことを意図していない。この文書の使用者は、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項を決定し、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 制限

3.1 実際の較正範囲は、使用する APIMS の種類に依存する。計数検出回路は、メーカーとモデルによって 200,000 CPS から 1,000,000 CPS までの範囲で飽和状態になる。計数検出は、不純物によって、異なる濃度領域において異なるイオンを使用する必要がある。計数検出に対してアナログ検出を使用する APIMS に関しては、実際の較正手順は異なる場合がある。複数の種類の不純物が存在する場合は、不純物間の干渉によって測定が制限される可能性がある。

4 参照スタンダードおよび文書

4.1 SEMI スタンダードおよび安全ガイドライン

SEMI C9.1 — Guide for Analysis of Uncertainties in Gravimetrically Prepared Gas Mixtures

SEMI C15 — Test Method for ppm and ppb Humidity Standards

注意： 別途指示のない場合、引用された全ての文書は最新版を指す。

5 用語

5.1 略語および頭字語

5.1.1 *APIMS (atmospheric pressure ionization mass spectrometer)* — 大気圧イオン化質量分光計

5.1.2 *CPS (counts per second)* — 秒あたりのカウント

5.1.3 *m/z (m in atomic mass units and z in elementary charge units)* — 原子質量単位での *m* と電気素量単位での *z*

5.1.4 *NIST (National Institute of Standards and Technology)* — アメリカ連邦標準技術局

5.1.5 *ppb (molar parts per billion (nmole/mole). The same as ppbv.)* — 10 億当たりのモル数 (ナノモル/モル)。ppbv と同じ。

5.1.6 *ppm (molar parts per million (μmole/mole). The same as ppmv.)* — 100 万当たりのモル数 (マイクロモル/モル)。ppmv と同じ。

5.1.7 *ppt (molar parts per trillion (pmole/mole). The same as pptv.)* — 1 兆当たりのモル数 (ピコモル/モル)。pptv と同じ。

5.1.8 *R²* — 平方値の総計で除算した平方回帰値の合計比率によって表現される統計値。

5.2 定義

5.2.1 *ゼロガス (zero gas)* — 各対象不純物の推定レベルが、最低校正点より 1 桁以上小さい窒素、アルゴン、ヘリウムまたは水素。

6 方法の概要

6.1 *APIMS* の校正は、既知の濃度の不純物をゼロガスに加え、対応するイオン強度を測定することによって行う。校正応答要素は、回帰分析によって求めることができる。

7 干渉

7.1 選択した質量が対象となっている化学種を本当に表現しているかを、さらにその他の共通に存在する不純物が同じ質量に寄与していないことを確認することは重要である。例えば、 N_2H^+ 構成のために、 $m/z = 29$ でのピークの強度は N_2 内の H_2 の濃度と相関関係がある。しかし、このピークでのスプリアス信号は 2 つの異なった方法。

1. $\text{N}^{14}\text{N}^{15+}$ または C_2H_5^+ のような同じ質量の他のイオンの寄与。
2. H_2O 、 CH_4 などの断片を持つマトリックスガス窒素の再結合を原因とする、異なる親種からの同じイオンの寄与、すなわち N_2H^+ 。 N_2 内の H_2 の尺度として $m/z = 29$ を使用する前に、これらのような干渉について理解しておかなければならない。さらに、これはその他のイオンに適用することもできる。

7.2 高い不純物レベルは、その他の不純物イオンとのクラスタ化やケンチングを引き起こして、それらの不純物に対する *APIMS* の感度に影響を与える可能性がある。このことは、10 ppb の不純物レベルでは特に真実である。

8 装置

8.1 *APIMS* — 不純物検出に使用される *APIMS* は、任意のタイプが可能である。

8.2 不純物スタンダード — 通常 $\pm 5\%$ の正確度で 100 ppb から 10 ppm までの範囲にある不純物濃度を確実に提供することができるすべてのデバイス (標準のシリンダまたは浸潤チューブに基づいたタイプ、ま

たはその他のタイプのいずれか)。このスタンダードは、NIST などの適切な国家スタンダードに準拠していなければならない。

8.3 動的希釈システム – ゼロガスによって不純物スタンダードの出力ガスを薄めて、対象となる範囲の不純物濃度を持つガスを発生させることができる希釈システム。

9 試薬と材料

9.1 ゼロガス

9.2 不純物スタンダード

10 安全上の予防措置

10.1 この方法は、窒素、アルゴン、ヘリウムおよび水素の中にある不純物の較正と測定に適用される。この方法は、APIMS の較正と水素ガスの中にある不純物の測定に関する追加の安全上の予防措置は取り扱わない。

11 テスト試料

11.1 適応しない。

12 装置の準備

12.1 不純物スタンダードとゼロガスは、動的希釈システムに接続した後、APIMS の入口に接続しなければならない。希釈システムのすべての構成部品に関して、一定の希釈システムフローにおいてすべての不純物が安定するまで、希釈システム全体をパージしなければならない。各検体に対する相対標準偏差は、較正前の 12 時間に渡って 10%未満でなければならない。常時 APIMS イオン化領域は定圧および定流量に維持しなければならない。

13 較正と標準化

13.1 不純物スタンダードの定義 – 不純物「スタンダード」は、制御された圧力のもとで既知の不純物レベルにあるガスのフローを送ることができるすべてのデバイスであると定義される (§ 8.2 を参照)。

13.2 スタンダードの例 – 不純物スタンダードのいくつかの例と、それらが基づく原理を以下に示す。

13.2.1 シリンダスタンダード – この「スタンダード」には、シリンダとともに使用するよう規定されたレギュレータが含まれる。不純物濃度については、準備されたシリンダの濃度に基づいて計算することができる。最小使用圧力を規定しなければならない。

13.2.2 浸潤と浸出チューブのスタンダード。これらのスタンダードには、浄化方法および出力圧力を制御するいくつかの方法が含まなければならない。不純物送出レートは、チューブの重量損失に基づいて時間の関数として計算することができる。

13.2.3 一定の温度と圧力での水蒸気によるガスの飽和に基づく湿気標準の方法。ガスの中の湿気濃度は、飽和温度での純粋な永層上の水の飽和蒸気圧に関する知識、およびガスと蒸気の混合物の相互ビリアル係数に関する知識から計算することができる。2 圧力と 2 温度の方法は、温度と圧力が既知の追加チャンバを必要とするこのアプローチを改良したものである。

13.3 希釈のスタンダード – すべての不純物生成方法に関しては、動的な希釈によって、すなわち標準ガスの既知のフローとゼロガスの既知のフローとを結合することによって、より低い濃度を作成することができる。以下の条件を満たしていれば、希釈されたスタンダードを許容することができる。

13.3.1 ゼロガスの不純物レベルは、少なくとも対象とした分析レベルを 1 ケタ以上下回るオーダーでなければならない (分析を行っている同じフロー経路を使用して、その後実際に較正で使用する最も低い流量で確かめる必要がある)。