

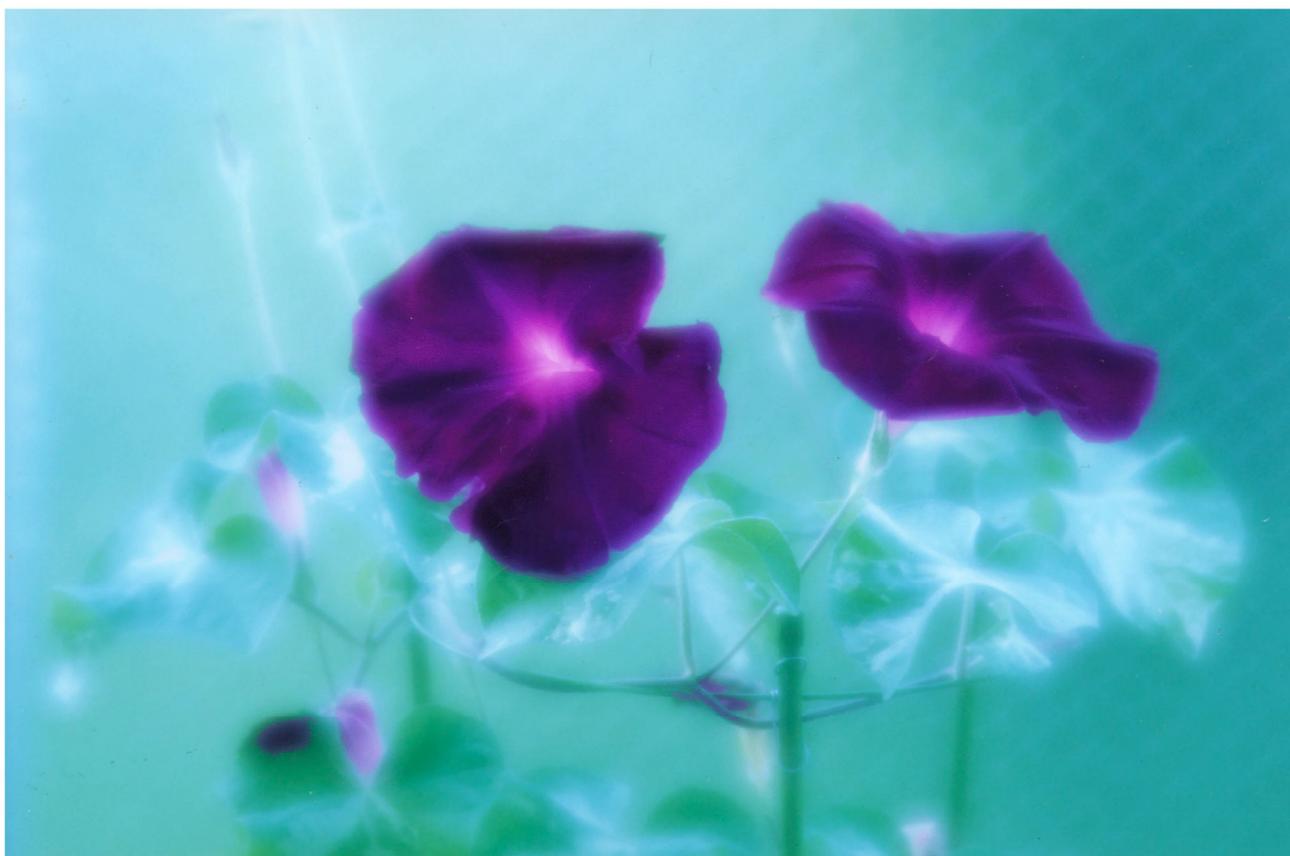
ISSN 0915-9916

Readout

HORIBA Technical Reports

September 1998 ■ No. 17

特集 半導体計測システム



Readout No. 17

特集 半導体計測システム

□巻頭言	不磨・即今の課題 前田正研	3
□インタビュー	21世紀を目前にした半導体産業の状況と 計測技術への期待 小林 武次郎/辻 勝也	5
□特集寄稿	The Trends in Semiconductor Process Control in the Next Generation Devices Patricia GABELLA	11
□特集論文	液晶品位検査装置 FP-2000 片西章浩/西條 豊/山田芳孝/細田俊弘	17
	マスフローコントローラの技術動向とエステックの対応 清水哲夫/霜村光造/山口正男/西川正巳	21
	In-situ Thin Films Process Control Jean CANTELOUP / Jean-Philippe VASSILAKIS / Eric FLUCK / Pascal AMARY	25
	Spectroscopic Phase-Modulated Ellipsometry - Application to thin film metrology - Ramdane BENFERHAT	31
	レティクル/マスク異物検査装置	36
□製品紹介	ウエハフラットネス測定装置 SI-1200	38
	薬液/レジスト用インライン・パーティクルセンサ PLCA-800	40
	高精度薬液濃度モニタ CS-340 シリーズ	42
	<一口メモ> ケモメトリックスの奥深さ	46
	IPA 比抵抗計 IP-960	46
	オリフラ合わせ機 WA-8S	48
	ハイテク時代に見直される古代技術 -半導体結晶の加工を考える- 志村史夫	50
□一般論文	X線分析顕微鏡によるストロマトライトの測定 -地質学的意義と測定意義- 小出良幸/吉光克弘	54
	ICP 発光分析における基本技術 -物理干渉と分光干渉の原因と対応- 大道寺英弘	59
	ハンディ放射温度計 IT-540 シリーズ 野村俊行/早川 昇	65
	◇コラム	地球の裏で鏡づくり
◇社外技術発表リスト		70
◇知的所有権メモ		72

Readout No. 17

Feature **Semiconductor System**

<input type="checkbox"/>	Foreword	Eternal Truth, Urgent Demand Masami MAEDA	3
<input type="checkbox"/>	Interview	The Semiconductor Industry with the 21st Century Just a Few Years Away and Its Expectations for Measurement Technology Bujiro KOBAYASHI / Katsuya TSUJI	5
<input type="checkbox"/>	Guest Article	The Trends in Semiconductor Process Control in the Next Generation Devices Patricia GABELLA	11
<input type="checkbox"/>	Feature Article	Liquid Crystal Quality Inspection Equipment FP-2000 Akihiro KATANISHI / Yutaka SAIJO / Yoshitaka YAMADA / Toshihiro HOSODA	17
		Trends in Mass Flow Controller Technology and the Approaches Taken by ESTEC Inc. Tetsuo SHIMIZU / Mitsuzo SHIMOMURA / Masao YAMAGUCHI / Masami NISHIKAWA	21
		In-situ Thin Films Process Control Jean CANTELOUP / Jean-Philippe VASSILAKIS / Eric FLUCK / Pascal AMARY	25
		Spectroscopic Phase-Modulated Ellipsometry - Application to thin film metrology - Ramdane BENFERHAT	31
<input type="checkbox"/>	New Product	Reticle/Mask Particle Detection System	36
		Wafer Flatness Measurement System SI-1200	38
		Inline Particle Sensor(Chemicals/Resist) PLCA-800	40
		SPM Monitor CS-340 Series	42
		< Short Notes > Recondite Concept "Chemometrics"	46
		IPA Resistivity Meter IP-960	46
		Wafer Pre-aligner WA-8S	48
<input type="checkbox"/>	Guest Forum	Ancient Technology considered in High-tech Age - For Semiconductor Crystal Processing - Fumio SHIMURA	50
<input type="checkbox"/>	Selected Article	Analyses of Stomatolite using X-ray Analytical Microscope Yoshiyuki KOIDE / Katsuhiro YOSHIMITSU	54
		Basic Technologies in ICP Atomic Emission Spectrometry - Causes of physical and spectro interference and the measures required to eliminate them - Hidehiro DAIDOUJI	59
		Handheld Infrared Thermometer IT-540 Series Toshiyuki NOMURA / Noburo HAYAKAWA	65
<input type="checkbox"/>	Column	An episode in Paraguay	69
<input type="checkbox"/>	Technical Reports List		70
<input type="checkbox"/>	Patents		72

Foreword
 巻頭言

不磨・即今の課題

Eternal Truth, Urgent Demand

予 測しづらい経済指標として為替、株価、半導体がある。とくに、半導体業界にはシリコンサイクルと呼ばれる4年に一度の大きな市場環境の変化がある。近年この波が小さくなったといわれているが、なくなったわけではない。取りわけ、今年(1998年)は厳しい環境下におかれている。

“産業の米”，“情報化の担い手”と言われる半導体デバイスのルーツは、1947年アメリカ、ベル研究所のウィリアム ショックレーらの点接触型トランジスタの発明にある。10年後の1958年には、同じくアメリカ、テキサスインスツルメンツ社のJ.S. キルビーによってICが発明され、いらい、LSI、VLSI、ULSIへと進化し、21世紀には基幹産業になると言われている。

半導体産業は市場の変化が大きい、技術革新が厳しい、グローバル化が急激、金がかかると言うのが通説であるが、いずれにしても、宝の山であることには間違いない。この業界に対して、我々ホリバグループは、どのようにチャレンジしていくべきなのだろうか。

その一つが謙虚さだ。

技術者にとって「技術者名利につきる」とはどういう意味であろうか？ 自分の手がけたモノを世の中にだし、社会に貢献できる製品を生み出すことであろう。当然、企業にも利益が還元されることになる。では、その様な技術者とはどのような人なのだろうか。

人には運、不運がある。しかし、私の見たところ、陽のあたらない部署には不思議と“潜在的”な力があるように思える。認められずにくすぶっている人が必ずいる。そういう人を発掘し方向性を与えれば、彼らは思う存分に力を発揮する。怠けずコツコツやっていたら必ず力が蓄えられる。ただし、どんなに潜在的に優秀な力を持っていても怠けていたらダメだ。失敗はどんな大きな失敗でも取り返しがつかないが、怠慢は救われない。

さらに、技術者はどんな事にも聞く耳を持っていなければダメだ。“こんなものが出来ないだろうか？”という素人の疑問に素直に耳を傾けなければならない。例えば、ソニーの大ヒット商品であるウォークマンは、ソニー創業者の一人である井深大氏が、「海外旅行に持参できる小型のステレオができないだろうか？」と言われたことから生まれたという話は有名な話だ。“できない”とか“作っても需要がない”と技術者がつっぱねたら、ウォークマンが世にできることはなかっただろう。

以前 我が社でも、営業マンがお客様からの多種多様な要望を社に持ち帰ると、まず、「何台売れるの？」と聞かれた。自信を持たずに控え目に答えると、開発費用や粗利を計算し、そんなものは開発する意味がないと却下され、悔しい思いを何度かしたものだ。



前田正研

Masami MAEDA

株式会社エステック
 専務取締役
 株式会社堀場製作所
 取締役



自社の技術者が「こんなものがあつたらいいのになあー」と考えるようなものは、必ずどこかの企業が商品化している。お客様、取引先、異業種の方々から、何気なく「君の会社でこんなものは扱ってないの?」、「こういうものは作れないの?」、「こんな形にできないの?」などの問いかけは始終ある。実はこの中にビジネスの重要なポイントが隠されている。これこそが、今ユーザーが求めているものなのだ。

技術者は、先入観が強すぎると、部外者の疑問や要求に対し否定的になりがちだ。しかし彼が“ノー”といった時点で、チャンスの女神は逃げてしまっているのだ。素人の意見に対しても謙虚になることこそ、ビッグビジネスの近道であろう。これは、今後とも変わらない不磨の金言だろう。

もう一つが時間への挑戦である。

半導体産業は一時の勢いからスローダウンしているとは言うものの、300mmウエハーへの移行、銅配線の電解・無電解めっき技術(ECD)、平坦化技術(CMP)など次世代のプロセス技術の導入、さらには、ウエットプロセス関連の技術革新などを推進するために、半導体製造関連機器はますます重要になっている。従来、これらの機器に要求されるキーワードは“効率化”であった。高品質で安価な半導体をいかに効率よく供給できる機器か否かが最大の課題であった。

今や、これに“短時間化”が加わった。メガ・コンペティションの半導体業界にあって、研究開発から生産、販売、さらに利益の確保までのサイクルを如何に早くできるか否かが生死を決する即今の課題である。このため、計測機器は、オフラインからオンライン計測に、バッチからリアルタイム処理へと進んでいる。

我々ホリバグループは、この緊急課題に対し“超短納期(Ultra Quick Supplier)”を合い言葉に、グループの総合力を結集してお客様にお喜びいただける体制を整えている。

Interview インタビュー

21世紀を目前にした半導体産業の状況と計測技術への期待

The Semiconductor Industry with the 21st Century Just a Few Years Away and Its Expectations for Measurement Technology

過去、一つの産業が一国のGDPの10%を超えることはありませんでした。ところが、21世紀には、半導体産業がその壁を突き破ろうとしています。

半導体産業特有のシリコンサイクルの冬のまっただなかと言われるこの時期に、はたして、可能だろうか？ その実現にはどのようなバリアを乗り越えなければならないのだろうか？

このような疑問を、日本の半導体産業界を牽引されてこられたリーダの一人小林武次郎三菱電機(株)顧問に、当社の辻勝也半導体システム統括部長がうかがいました。

ますます高度化・多様化が進み、一方で、ボーダレスの厳しい価格競争に立たされている現況を乗り越えるためには、「技術の蓄積とイノベーションの融合を」、「デバイス・製造装置メーカー・計測機器メーカーは独自の戦略を持ちつつ協調を」、さらには、「先行隊は少数精鋭で」など、豊富なご経験と高いご見識に基づく多くの示唆をいただきました。

(ゲスト)

小林 武次郎 氏 三菱電機株式会社顧問(元・三菱電機専務取締役)

(インタビュアー)

辻 勝也 株式会社 堀場製作所半導体システム統括部 統括部長



日時：平成 10 年 5 月 26 日 場所：株式会社 堀場製作所本社

Never in the past has a single industry produced over 10 percent of the GDP of the country in which it operates. However, the semiconductor industry is expected to pass the mark in the coming 21st century. Can this be true? What hurdles have to be cleared to attain this goal? What roles do measurement instrument makers have to play? These are the questions we would like to have answered soon.

Mr. Bujiro Kobayashi, an advisor to Mitsubishi Electric Co. and one of the leaders of the semiconductor industry in Japan, was interviewed by Katsuya Tsuji, Horiba's General Manager in charge of Semiconductor Systems.

_____このところ、半導体産業にシリコン・サイクルが現れているのではないのでしょうか。日本国内と韓国が厳しい状況で、アメリカも下降気味です。台湾にはこの影響がないのでしょうか。ここまで冷え込んできて、今後、回復の見込みはいかがでしょうか？

DRAMはビット単価が3の法則で下がり続けてきました。80年代は日本の生産能力が上がり、需要と供給のバランスが崩れたために暴落しましたが、それによって米国のメーカーが撤退してしまいました。その後、日本の独壇場となりましたが、韓国、台湾が加わって競争となり、今また落ち込んでいるわけです。ここで今度はどこが撤退するかが問題だと思います。

韓国の投資が停滞していることを見れば、再び需給関係が変わり、日本がまた逆転する可能性はあります。ただ、現在の半導体の需要はパソコンが大きなウェイトを占めていますが、そのパソコンの市況がいま良くないですね。ですから、この半導体不況を克服できるかどうかはパソコンの需要動向に左右されるという、いま歴史的に非常に重要なポイントに来ているといえます。

それと、もう一つ、半導体製造には高額な設備が必要です。設備投資がますます膨大化しており、その問題にどう対応するかということもキーポイントになります。

半導体技術の核はリソグラフィー

_____DRAMのメモリ容量はますます巨大化しています。それにもなって新しい技術を次々と開発し、しかもコストダウンをはかるための生産設備の更新は欠かせませんね。

今後のDRAMの流れとして、容量64MのDRAMの線幅は0.25ミクロン、256Mでは0.20ミクロン、1Gでは0.15ミクロンになるといわれています。しかし、一方では、64Mで0.20ミクロン、256Mで0.15ミクロンになるのではないかという議論も出てきています。つまり、いまいわれている容量と線幅の関係がワンランクずつ繰り上がるのではないかというわけです。これは、将来の半導体産業のあらゆる面に影響してきます。

最も大きく変わるのはリソグラフィーです。0.25と0.20ではリソグラフィーが異なり、ステッパーが違ってきます。0.25から0.20に移行するためには、1台14億～15億円のArF(エキシマレーザー)が必要といわれています。しかし、これはあまりにすごい投資なので、ArFをとばして一気にX線露光に進んでいく可能性もあるのです。X線にするとリソグラフィー関連設備の価格が非常に安くなります。ただ、X線を使うとマスクにひずみが生ずるという問題があり、マスクの材料とひずみの補正をどうするかということが重要になります。

一方、わざわざ15億円ものArFを使わなくても、既存技術の改善を積み重ねることによって0.20ミクロンを達成できる可能性が見えつつあることも事実です。

いずれにしても、露光手段として光、X線、電子線の選択が半導体製造装置メーカーの生き残りをかけた重大なカギになることは間違いなんでしょう。



小林 武次郎 氏

Mr. Bujiro KOBAYASHI

三菱電機株式会社顧問

(元・三菱電機専務取締役)

蓄積とイノベーションの融合 現場のゴーストが技術革新をはばむ

_____どのような最先端技術を、いつ取り入れるかが重要ですが、この判断基準はどのあたりにおけばよいのでしょうか？

非常に大きな問題となるのはコストです。64Mの線幅を0.20ミクロンにするのは技術的には可能でしょうが、いま最も重大な課題は設備投資を含めたトータルコストをいかに下げるかです。

従来は、半導体メーカーが集積密度の高い技術を開発し、メーカー主導の製品価格を市場が受け入れてきましたが、いまは逆に、制限されたコストの範囲でできなければ実用化できない時代になっています。根本的な「哲学」が変わってきていますからね。

これまでは、価格より技術優先でしたが、いまや、「この価格でこんなものを欲しい」という市場の要求にこたえることができなければ俎上にも乗りません。私は、次世代の半導体生産にかかる資金は、いまいわれている価格の $\frac{1}{10}$ くらいにまで下げないと生き残れないのではないかと思います。

_____欧米が創り出したネタの二番煎じはもはやできなくなったとよく言われています。一方、コストダウンは地味な技術の蓄積も大切だと思います。

半導体の分野では、最先端の技術を開発・生産した先行逃げ切り型よりも、二番手としてコストをおさえて大量生産をした者が利益を得るという現実があります。たとえば、16Mの技術を4Mの生産に導入し、チップサイズを小さくして単位面積当たりのチップ数を増やすことでコストダウンをはかって大きな利益をあげた例があるんです。つまり、いままで磨きあげてきた小さな技術を積み上げることで打開できる方策もあるということです。

新しい技術を開発するときに、過去に試みてできなかったことはまったく可能性がないかという点、そんなことはないのです。昔と今とは、周辺分野の技術向上など、すべての条件が違ってきていますから。ところが、ベテランの技術者は、よく「現場のゴースト」といいますが、以前できなかったという経験から抜け出せないことが多いですね。

技術革新というのは、むしろ、過去に破れなかった壁をもう一度見直し、それを打ち破るなかからブレークスルーが起らなければ不可能だと思うんです。技術全体のレベルが向上するなかで、要所要所にそのようなブレークスルーがあってこそ、科学も技術も発展するものだと思います。

多品種変量生産には高度なプロセス・シミュレーションを

_____半導体がシステムLSI化に向って進む大きな流れのなかで、どのようにして質と量を拡大していけばよいのでしょうか？

以前アメリカはDRAMで負けてLOGIC, ASICで復活しました。いま日本の半導体分野でも同じことをすべきではないかという声が出ています。しかし、アメリカのメーカーがASICで成功したのは、チップの標準化をしたからです。日本では同じメーカー内でさえ違うチップを使っていたりします。他とちょっと違うことを競い、「名人芸」を競うような風土の日本で、果たしてASICを大量生産できるのかどうか。

特にシステムLSIは、ある部分だけ他と違うというだけでも前段階のプロセスはますます違うものになります。設計も製造装置もチップの種類に応じてすべて異なってきますから、非常に複雑なラインにならざるをえないわけです。今後ASICをやるとしたら、さらに多品種変量生産をやらなければならぬでしょう。それには、生産ラインのコントロールをはじめ、非常に難しい生産技術が必要となります。

_____そこでは、ウエハごとのプロセスがすべて異なるような形になり、従来のような大量生産によるコストダウンの手法を当てはめることはできませんね。

ウエハごとに微妙なコントロールが必要になります。ですから、今後の多品種変量生産に必要なことは、テストウエハを使わず、プロセス・シミュレーションを完全に行うことです。いわゆるバーチャル・ディベロップ・プロダクション(仮想開発)です。

すべての条件を設定し、歩留まりも計算して、その条件に合わせて全ラインの機械をコントロールする。それが中央コンピュータで集中管理され、1つのシミュレーションが終わると、次にそのシミュレーションの条件に合うように機械の条件を変える。ウエハごとに次々に変えていく。そういう高度なプロセス・シミュレーションが必要だと思います。

一方、新しい半導体製造工場を作る場合、たとえば256MのDRAMを製造する新工場には1000～2000億円ものコストが必要だといわれます。それだけの費用をかけた工場ですからすぐに量産できるようにしなければ採算がとれない。工場のいわゆる“垂直立ち上げ”をするためには特にプロセス・シミュレーションが不可欠だと考えます。

半導体プロセスは計測に始まり、計測に終わる

_____より付加価値の高いデバイスをより早く市場に投入していくために、われわれ計測機器メーカーとしてどのような対応が求められるのでしょうか？

プロセス・シミュレーションには計測機器は欠かせません。研究段階で積み上げた基礎データをベースに最適のプロセス・コンディションを割り出す。このプロセス・コンディションを仮想工場に入れてみて歩留まりや品質をチェックしてみる。OKなら実際の生産ラインに移植する。もし、思惑通りの結果が得られない

場合には、直ち修正する。この一連の流れをつかさどるのがコンピュータであり、計測機器です。とくに、高い品質と歩留まりを保つためには、生産プロセスに直結したインライン・モニタが欠かせません。

“時は金なり” 今や結果がでてしまってからでは遅すぎます。それは「フィードバック」ではなく、むしろ「フィードフォワード」でしょうね。条件設定のプランニングから入り、研究開発段階ではプロセス・パラメータの抽出、試作段階でパラメータの設定、生産段階で適正条件の維持と修正。すべてのプロセスで計測技術が重要なカギを握ります。

_____消費エネルギーや廃棄物などについても、計測機器がセンシングし、シミュレートしていくことになるでしょうから、そこにも私たち計測器メーカーの存在意義があるのではないのでしょうか。

それは非常に重要なポイントですね。半導体の生産量を十倍にしようとする、日本国内の現在の三倍もの原発に相当するほどのエネルギー源が必要となります。これをいかに抑えるか。また、成膜やエッチング用のガス、リソグラフィに使用する感光液など、むだな直接・間接材料が多いケースもあります。これらはたいへん大きな問題です。

省エネをはかり、また、廃棄物を出さないようにしたり、出てしまった廃棄物を無害化するためには、計測技術がなければ実現できません。

デバイス・製造装置・計測メーカーは独自の戦略をもちつつ協調を

_____従来、計測機器メーカーは、どちらかという半導体のデバイスメーカーや製造装置メーカーを「支える」という位置にありました。しかし、最近はお互いに知恵を出し合わなければならないのではと考えています。

各分野のメーカーがそれぞれの戦略を考え、それをディスカッションすべきだと思います。戦略も分野ごとに刻々と変化し、どれが正しい方向かを判断するのは難しいですからね。その意味での「協調」が必要だと思います。

半導体の黎明期は、装置メーカー、計測機器メーカーがデバイスメーカーの要求や指示を受けて製品を作るという流れで、密着しつつ成長してきました。ところが、ある時期になると、技術が蓄積され、集約されて、独自にやれるようになってきた。装置メーカーも計測器メーカーも、今の延長線上にあるものについては独自にやれるわけです。

しかし、ブレークスルーされる時代になってくると、それまでとは要求ポイントがまったく違ってきます。そうすると、新しい技術を考えついた者が、他分野のメーカーにそれを満たすものを作ってもらうように要求するという、いわば過去の状態にしなければならない。ブレークスルーが始まった時点では、ニーズを出したところが先導しなければならないということになると思います。

_____新しく作ったものを広く使っていただくためには「標準化」が必要になります。しかし日本では、標準化しようするとカスタマーもサプライヤーともに躊躇するところがありますね。



辻 勝也

Katsuya TSUJII

株式会社 堀場製作所
半導体システム統括部
統括部長

どうも「標準」の意味が日本とアメリカで違うようです。日本では、最大公約数を設定することが「標準化」ですが、アメリカでは最もよいものを「標準」とする。そこが大きな違いです。それを阻んでいるのが不必要なところでの秘密主義ですね。

ご指摘のように、計測器メーカーは従来のような「支援産業」ではなく「主導産業」に移行すべきだと思います。ただ、これには計測機器メーカーだけではとても無理で、我々デバイスメーカーも製造装置メーカーも協力し合わなければ不可能だと思います。そこには無意味な競争ではなく、それぞれ独自の戦略に基づいた協調ではないでしょうか。

先行隊は少数精鋭で

____ 半導体産業の厳しい現状を乗り越え、さらに発展させるためには今、何が必要でしょうか？

半導体産業は、4年ごとに好不況を繰り返す「シリコンサイクル」という波がありました。技術は不況のときに伸びるものです。過去、半導体は、不況時にその障壁を乗り越えることによって発展してきました。ですから、不況のときにこそ状況を見極めたうえで先行投資をするチャンスだともいえると思います。

景気が落ち込んでくると、業界全体がいっせいにダメだダメだと言って投資を抑制する傾向があります。しかし、落ち込んでいるときに次の計画を立てて好況になる少し手前で大きく投資をして、最も好況になったときにその投資の効果が一挙に出るという戦略を打ち立てて成功してきているメーカーもあります。しかし、多くの場合は、不況の時期に思い切ったことはなかなかできない傾向にあります。

大事なことは利益を出すことです。利益を確保しない限り先行投資はありえないということを肝に命じておかなばなりません。

____ 現状で利益を出せるものに対する投資と、将来利益を出すであろうものへの投資とのバランスをどうとるかは難しいが、チャレンジングなテーマですね？

エンジニアのレベルでいえば、先行投資する場合は少数精鋭のスタッフを確保することが大切です。新しい技術を開発するには、創造的で意欲的な、本当に優秀な人が少数でやるのが最も効果的です。過去の延長でやるのが得意な人や現状を変えたくない人は、すでに利益が出ている部分で徹底的に能力を発揮してもらえばいいのです。

利益を出しながら新しい展開をはかるには、技術者を含めて、市況や情勢を見る能力のある人、洞察力のある人間が必要になります。

____ 本日は、たいへん貴重なお話をうかがうことができました。これをふまえて、ホリバの半導体分野での役割を再認識し、新たな戦略を打ち出して行きたいと思います。ありがとうございました。

The Trends in Semiconductor Process Control in the Next Generation Devices

Patricia GABELLA

(SEMI/SEMATECH, U.S.A.)

In 1965, Intel co-founder, Dr. Gordon Moore made the prediction that the number of transistors on processors would double every two years, and the semiconductor industry has marched to the beat of his prediction ever since. Since 1970, semiconductor technology advances have led to 30% annual declines in the price of microprocessor performance (measured in one million instructions per second (MIPS)). No other industry has achieved such technological success. Over the last 10 years alone, the semiconductor industry has grown at rate of 15.7%, almost three times that of the U.S. economy. Capital spending for the last 10 years is eight times greater for the semiconductor industry than other high technology areas.

The 1997 revision of the National Technology Roadmap for Semiconductors has shown that semiconductor device development had accelerated from the previous roadmap, which was issued in 1994, from a three year development cycle to a two year development cycle. This acceleration affects the development of equipment, materials, process control, and all support infrastructure for device manufacture, too. These facts constantly challenge the participants in the semiconductor industry to manufacture more effectively, utilize the equipment and materials more efficiently, make decisions quicker and ramp yields faster. A large component for success in the future will rely on improved, fast cycles of learning which are dependent on data acquired on wafers, process, equipment and manufacturing indices which has been summarized, decisions made upon and implemented with minimal to no human intervention. Process control provides solutions in the form of automated data collection, summary/filtering of data to make it more useable (data-to-information), attaching knowledge information to the data point or set, modeling and algorithms applied to make decisions on the data and then those data sets and decisions can be taken to the next level which is to provide feedback to the system (on which the data is collected) and improve the system (process, equipment, manufacturing indices). Improvement can come in the forms of improved tool cost of ownership (CoO, Table 1), better overall equipment efficiency, more repeatable process and repeatable device performance, and better factory performance (cost, output, cycle time, quality). Though this article is focused on wafer processing, some of the same methodologies can be applied to factory automation, facilities and manufacturing indices.

“If it was possible for the auto industry to achieve similar technological progress to the semiconductor industry, the FORD Taurus that first sold in 1986 for \$10,000, would cost about \$150 today.” (SIA, 1998)

次世代半導体デバイスの製造プロセス制御の新たな動き

1965年にインテルのDr. Gordon MooreはCPU用トランジスタは2年毎に倍増すると予測した。以来、半導体技術・業界の躍進は目覚しく、最近10年間の成長率は15.7%にもなっている。

半導体デバイスの開発サイクルはますます加速されており、National Technology Roadmap for Semiconductors (1997年度版)によると、1994年当時は3年であったが、現在では2年へと短縮されている。このため、材料、プロセス制御、デバイスメカなど半導体に関連する全ての業界で、生産効率の向上、装置や材料の利用効率の向上、意思決定の迅速化、利潤回収の短期化に絶えず迫られている。

「自動車業界が半導体業界なみの技術的進歩を達成できていたなら、1986年の新発売時に販売価格が\$10,000であったフォードのタウラスは、現在では\$150前後となっていたはずだ」(米国半導体工業会(SIA), 1998より)

1. Why is Process Control and Diagnostics Important for the Future?

The semiconductor business is transforming from a commodity supplier model to a service model. The device manufacturers are being driven to get to market faster, serve smaller markets with application-specific designs, shorten the time to high yields and speed the rate of learning. Reduction of cycle time increases the manufacturing complexity. As you drive down cycle time and improve quality the unit volumes increase, and thus, the data volume and variance increase. Demands on new equipment, new materials and new processes requires more sophisticated and fast characterization methods. Engineering and manufacturing science requires data. Measurement methods collect data, data allows you to make decisions and solve problems. Data and the analysis of data helps “visualize” the system capability and system problems. You cannot understand (and fix) what you cannot measure. Problem solving, and gathering new insights requires a constant search for the appropriate measurement technology. Cost effective manufacturing requires that metrology to be used in a judicious fashion. As learning occurs, and equipment and processes become well characterized, the need for frequent and multiple metrology decreases. This new knowledge and new metrology technology can now be applied to the next generation of device manufacturing. When a method helps the factory to be more efficient, it will become second nature that that method will always be part of the manufacturing systems. Twenty years ago, statistical process control methods were rarely practiced in the semiconductor industry. Today, you would not run a factory without it. Ten years from now, similar statements will be made regarding process control methods.

2. What are the challenges facing the semiconductor industry in the near future?

- post-optical lithography
 - timing to change to post-optical
 - how far does optical go
 - cost of development of post-optical lithography systems
 - cost of development for the lithography infrastructure
 - resist, tracks, mask/reticles, metrology
- new materials / processing methods
 - copper for interconnect
 - low-k dielectrics for interconnect
 - high-k dielectrics for gate
- incremental changes
 - next wafer size: 300mm
 - increasing scale of integration
 - more transistors in same amount of space
 - more functionality on one chip
- improved manufacturing
- improved equipment productivity

3. How process control and diagnostics can help?

At today’s high wafer values, the factory needs to be proactive not reactive, and on-line and in situ metrology and process control assist with being proactive because data-to-information occurs quickly, decisions occur quickly and it accelerates the learning curve. For example, factories with in-line inspection exhibit a 5% yield advantage over factories that do not utilize in-line inspection.

Table 1 list some benefits to equipment cost of ownership that can be realized with process control. Table 2 shows some of the additional benefits that can be had from both the device manufacturing perspective and the equipment supplier perspective.

1. プロセス制御および診断が今後重要となる理由は

半導体事業は商品供給型からサ - ビス型へと変貌しつつある。デバイス・メ - カは、開発から発売、さらに高収益達成までの期間の短縮を迫られている。サイクルタイムの短縮、品質向上のためにはさらに高度かつ高速なプロセス管理が必要となる。科学的なエンジニアリングのためにはデ - タの収集・解析が基本となる。新たな視点をえ、問題解決を図り、製造コスト低減のためには、正しく賢い測定技術を絶えず追求しなければならない。

「統計的プロセス制御法の導入は20年前では稀だったが、今やこの手法を抜きに半導体工場は成り立たない。」と言われる。10年後も同じことが言われているであろう。

2. 近未来において半導体業界の抱える問題は何か

- * 光学リソグラフィ - の後継技術
- * 新素材 / 加工方法
- * 量の拡大
- * 生産性の向上
- * 生産設備の効率改善

Table 1 Improved cost of ownership (CoO) indices

- increased throughput
- decreased cycle time
- increased reliability
- decreased maintenance
- decreased consumables
- decreased footprint
- decreased scrap
- increased yield
- decreased monitor wafer usage
- decreased disposal
- decreased utilities
- decreased particles

Table 2 Benefits that Integrated Metrology Can Produce

For Integrated Circuit Maker; Process Itself:

- Increase productivity
 - People
 - Equipment
 - Fab / cost effective manufacturing
 - Technology transfer & ramp-up
 - Sales (customer relations)
 - Less redundant processing (metrology, cleans, inspections)
- Process stability
 - Eliminate outliers
 - Points not belonging to typical distribution
- Improve typical distribution (process stability)
 - Drive average to target
 - Reduce variance

For Equipment Supplier:

- Reduced engineering support
 - Increases effective skill set of field service personnel
 - Automatic re-tunings of process
 - Diagnosis/prognosis to reduce down-time
 - Quicker time to recover (repair & condition & tune & qualify)
- Intelligent maintenance
 - Maintenance on need basis, scheduled when convenient (predictable preventive maintenance)
 - improved spare parts management

4. Now and future metrology and process control scenarios

One method of classifying/describing the measurement tool is by physical location in the factory and how the metrology equipment is used in manufacturing. (Table 3).

These descriptions help in communicating various levels and capabilities of tool use.

Table 3 Measurement Tool Description

Stand-Alone Measurement Tool

Off-Line: outside of the fab, usually destructive or contaminating

At-Line: in the fab, monitor wafers since unable to measure pattern wafers; could also be destructive, or contaminating

In-Line: is or can be part of process flow routing, can measure pattern wafers

Integrated with the Process Equipment

On-Line: measurement tool integrated with process equipment, but not able to measure during wafer processing

In Situ: measures during processing

4.1 Today's metrology and control scenario

At-line or in-line metrology tool takes measurements on the wafer(s) from the last process, that data is charted, statistical process control methodology used to determined “goodness” of process and often “goodness” of equipment, material committed, repeat measurement on a frequency rate as determined by risk of not catching “bad” manufacturing. The measurement is perform on product (in-line; as processed wafers, patterned wafers) or on monitor wafers (at-line, unpatterned). Product is saleable, monitors are not. Yet some measurement techniques cause some damage to the wafers, have a high risk of contaminating the wafers or the measurement resolution is compromised due to the pattern, in those cases, monitors wafer are used. Some data analysis performed, mostly one parameter analyses with the start at multi-parameter

3. プロセス制御と診断の効用

今日のようにウエハの価格が高いと、事態が発生してからではなく事前に対応する必要がある。オンライン測定、現場測定とプロセス制御が事前対応に役立つ理由は、計測データを素早く解析し、迅速な決定ができる点にある。インライン検査を行っている工場では、実施していない場合に比べ、歩留まりが5%向上している。表1にプロセス制御の設備所有コスト面の利点(CoO)を、表2にデバイスメーカーおよび製造設備機器メーカーのメリットを示す。

4. 現在および将来の測定法とプロセス制御の考え方

計測機器は、どこで、どのような目的で使われるかによって分類(表3)される。

4.1 現状

アト・ラインまたはイン・ライン測定では、最終プロセスからウエハを測定し、統計的な工程管理手法により工程、設備、材料の「適合度」を判定するが、この方式では不良を見逃す危険もある。測定によりウエハに汚染や損傷が生じる恐れがあったり、測定方法が確立していない場合にはモニタ用ウエハを使っている。

analysis and also a start at some methodology applied to the data sets.

4.2 Transitioning to metrology and control scenario

Measurement data is automatically collected and some filtering/analysis is performed to determine “goodness” and turn data-to-information, perform fault detection (“go” or “no go” decision), and occasionally data analysis performed that produces input information/parameters which is fed back into the equipment and process to adjust their function which tightens the overall distribution on the material being processed (either “sneaker” method or automatically). (“Sneaker” method - a human takes the new calculated input parameters back to the process tool and readjusts the operating parameters by hand.) Data is collected via at-line, in-line, and occasionally on-line and in-situ. A lot of data analysis performed, still mostly one parameter analyses with the start at multi-parameter analysis. Expert methodology is getting broader application across the equipment and the process.

4.3 Future vision for the metrology and control scenario

Automated measurement and data collection, with heavy utilization of on-line and in situ metrology systems. Wafer state, equipment state and process state measurement capable by the metrology systems. This data is available to the factory data management and analysis systems. Often the data is filtered and labeled to provide information for independent decisions to be made. In certain cases control algorithm output parameters will be applied back to the process and equipment to improve the overall process capability, real time. Equipment will notify the factory when it needs preventive maintenance, or when it discovers out of control processing, and will help to qualify itself (shorten the qualification cycle). Expert methodology and data mining will be employed to preserve the knowledge base (source problems, found solutions) and locate data patterns to source problems more quickly. Multi-parameter analysis and methods utilized to expand characterization

knowledge of the process and equipment. This knowledge enhances the factory’s ability to control the equipment and process and tighten the overall distribution, thus producing more predictable and reliable product.

(note: various parts of the “now, transition and future” scenarios may exist in one factory today as the semiconductor manufacturer strives for improvements.)

Table 4 list some of the future opportunities for use of additional metrology and process control for semiconductor processing.

Table 4 Future Opportunities & Drivers

- Measurement between steps in multiple-step single wafer processing
 - only chance for measurement is with sensors
- Tool/process start-up/shut-down control
 - ex: importance of plasma damage just beginning to be addressed
- Improved steady state control
 - correlation of yield/faults to noisy behavior suggest tighter real-time steady state control may result in tighter wafer results
- Integrate process, hardware, and control design
 - controllability and observability determined by hardware and process not by control system
- Other sensors for control & monitoring
 - current parameter being used in real-time control loop may not be best variable to control
- Machine process checks without a wafer
 - characterize machine and process during idle times

4.2 過渡的段階

測定データを自動的に集め、適合度を判定し、故障を探しだす。ときにはデータを解析し、設備や工程にフィードバックし、加工中の素材の管理基準を厳しくするために使う。この調整方法には自動方式とスニッカ方式とがある。スニッカ方式とは人間が新たな入力パラメータを手動で調整し直すことをいう。最近、設備と工程全般にわたりエキスパートシステムが広く利用されつつある。

4.3 今後の展望

自動計測、データ収集、オンラインそして現場測定を積極的に活用し、ウエハ、設備、工程の各レベルにおける状態を把握し工場の管理データとする。これらのデータを設備や工程条件にフィードバックし、リアルタイムな改善や予防保全に役立つ。また、エキスパートやデータを集積し、知識データベース化することにより、より高い信頼性の製品を実現できる。表4に将来への推進要因とチャンスを示す。

5. 工程管理の今後の課題

設備、工程、自動化および通信が複雑になるとともにインタフェースが増えるが、これを明確に定義し標準化しないと、アクセスも接続もできない。半導体工場では、各種ツールのモジュール化やクラスタ化をはかってきたが、複雑化、短納期、コストダウンへの要求はますます厳しくなっている。他方、ユーザは

5. Challenges for the future of process control

More interface layers are added, as complexity of the equipment, process, automation and communication increases. These interfaces must be well defined, and standardized for quick access and “hook-up”. Tools have become more modular and clustered to meet the demands of the process and device requirements. In a similar fashion, system controllers have to become somewhat analogous. Complexity is ever increasing, time-to-market is ever shortening, cost must be contained; additional data is required to maintain current capability. Thus, new things, new data types (such as new sensor hardware), will always need to be tried, and the user needs easy access to the data and the methods they use to turn data into information. And it is not one data stream, it is several. And it is not one analysis methods, it is several. Equipment will become “intelligent” systems and additional metrology and process control are integrated in the system. Table 5 lists some of the business factors that will help tool integration.

Table 5 Business Factors for Integration to Occur

- Business Needs (Drivers) of
 - IC manufacturer
 - Equipment supplier
 - 300mm
 - Shrinking dimensions (e.g., linewidth)
 - Shrinking die size
 - Environmental, safety, and health (ESH)
- Integration must be profitable
 - Increased productivity
 - Creates a competitive edge
- Integration must be feasible
 - Hardware/software changes spawned by 300mm (i.e. insertion node)
 - Availability of commercial sensors & sensor bus
 - Viability of software suppliers
 - Emergence of controller consultants/trainers

Software content will continue to increase, and thus improved software quality methods need to be employed. Other industries have employed various levels of process control methods to their manufacturing. The semiconductor industry should learn from these other industries, and adapt what works. As more layers are added to the equipment and process, more business interfaces are also created. So now to complete new development on tools and processes with new metrology and control, to meet customer requirements, you have multi-party relationships instead of two party relationships. The ability to manage multi-party relationships for program success will be a requirement for suppliers in the future.

The National Technology Roadmap for Semiconductors 1997 envisions future metrology to evolve into more integrated systems with the process tools, employing process control methodology. The nature of the business of semiconductors will encourage this integration to occur, for continued improvements for device manufacture.

“The FORD Taurus has more computing power than the original Apollo that went to the moon [in 1969].”

Alex Trotman, Ford Motor Co. Chairman & CEO, 1997

迅速で容易なデ - タ変換を求めている。表 5 に集積化のためのビジネスチャンスを示す。

ソフトウェアは今後も増加し続けるだろうが、ソフトウェアの品質改良を支援することが必要となる。新しい技術や制御方法を開発したり顧客のニーズに応えるためには、二者間ではなく、複数の当事者間での関係を構築することが今後の製造装置メーカーには求められる。

1997 年の National Technology Roadmap for Semiconductors は、将来の測定技術が、プロセス制御技術によって工程ツ - ルを組み込んだより集積度の高いシステムへと発展するだろうと予測している。今後も半導体産業は集積化が一層進み、デバイスの製造技術は絶え間なく進歩するだろう。

フォード社の A. Trotman 会長はこう言っている。

「フォ - ドのタウラスは 1969 年に月に行ったアポロと比べはるかに勝る計算能力を備えている」

(抄訳：半導体システム企画開発部 永井良典)

References

1. P.R. Solomon, et al, "The Next Steps in Advanced Process Control", to be published Future Fab, July 1998
2. "Turbocharging the U.S. Economy", Semiconductor Industry Association, March 1998
3. S.W. Butler, "Overview of Sensor Based Process Control", 1998 International Conference on Characterization and Metrology for ULSI technology, Gaithersburg, Md., March 1998
4. D. Perloff, "Gauging the Future: The Long Term Business Outlook for Metrology and Wafer Inspection Equipment", 1998 International Conference on Characterization and Metrology for ULSI technology, Gaithersburg, Md., March 1998
5. S.W. Butler, "The Future Suppliers and Users of Sensors and Controls", SEMI Industry Strategy Symposium Europe, Naastricht, The Netherlands, February 1998
6. K.W. Tobin, S. Gleason, F. Lakhani, M. Bennett, "Automated Analysis for Rapid Defect Sourcing and Yield Learning", Future Fab International, vol. 1, issue 4, 1997, pg. 313-320
7. National Technology Roadmap for Semiconductors (NTRS), Semiconductor Industry Association, 1997
8. J.E.E. Baglin, J.C. Davis, P. Gabella, V.M. Prozesky, S.Sie, "Future Analytical Needs for Industry and Technology", Roundtable A, Thirteenth International Conference on Ion Beam Analysis, Lisbon, Portugal, July/August 1997
9. D. Perloff, "The Economics of Process Control: Measuring the Past, Predicting the Future", SEMI Industry Strategy Symposium, Pebble Beach, California, January 1997
10. G. D. Hutcheson, "Change in Chip Making and How it is Driving Process Diagnostics", VLSI Research, June 1996
11. D. Rose, "Cost Benefit of Process Metrology", International Workshop on Semiconductor Characterization: Present Status and Future Needs, Gaithersburg, Md., January 30, 1995
12. R.R. Doering, "The MMST Future Factory Vision", Advanced Semiconductor Manufacturing Conference, Boston, Mass., October 1993 (MMST - Microelectronics Manufacturing Science and Technology)
13. "SEMATECH Phase 3 Defect Detection Workshop", Technology Transfer # 90100351A-WS, January 1991

Web Site References:

1. SEMATECH for NTRS: www.sematech.org
2. Integrated Measurement Association: www.integratedmeasurement.org



Patricia GABELLA

Technical director of metrology and emerging technologies at SEMI/SEMATECH, U.S.A

Feature Article
特集論文

液晶品位検査装置 FP-2000

Liquid Crystal Quality Inspection Equipment FP-2000

片西章浩 西條 豊 山田芳孝* 細田俊弘*

(*株式会社 テクノス)

要旨

液晶ディスプレイ(LCD)をはじめフラットパネルディスプレイ市場は、省電力、省スペース、高分解能を武器に大きく拡大しており、ブラウン管市場に取って代わる勢いがある。しかし、生産面から見ると、歩留まりの悪さや工程の複雑さからコスト的にはまだまだ割高である。中でも、人手に頼る目視点灯検査は大きな見直しが必要になっている。

堀場製作所は(株)テクノスと共同で液晶品位検査装置FP-2000を開発した。本機は、LCD上の点欠陥、線欠陥、ムラなどの各種欠陥を、位置情報とともに高精度で再現性良く検査することができる。

FP-2000は、これらの欠点をなくし、目視検査以上の高性能を実現した。本稿では、FP-2000の構成、測定原理、評価結果を紹介する。

Abstract

Due to their features of lower power consumption, greater space efficiency and higher resolution, liquid crystal displays (LCD) and flat panel display products have been capturing an increasingly larger share of the market. This increase has been in progress at such a furious pace that they may replace cathode ray tubes(CRT). On the production front, however, low yields and the complicated processes required by these products still keep them costly, leaving room for further cost curtailments. Among the problem areas involved, the process of visual inspection under light illumination depends on human labor and hence requires a substantial review.

HORIBA LTD. has developed a liquid crystal quality inspection unit, the FP-2000, in collaboration with Technos. This equipment is capable of performing highly accurate and reproducible inspections for various defects, such as dot defect, line defect and Mura, as well as providing position information. The FP-2000 has achieved a higher degree of inspection performance than visual inspection. This paper introduces the construction, measurement principles employed and evaluates the results shown by the FP-2000.

1 .はじめに

現在LCDは、550mm × 650mmの大型ガラス基板搬送装置はじめ、各種の自動化ラインにより効率的に生産されるようになってきている。その中であって、主に画素の欠陥に起因する輝度不良については、未だに目視による検査が行われている。

今までにも、いくつかのメーカーから、自動化を狙った各種の検査装置が試作され、一部は市場にだされているが、目視検査に代る性能を有しておらず、導入されるまでには至っていなかった。

我々は、この原因が主に検出器の分解能の不足と、LCDの各画素に対する視野角特性が一定していないことに起因していると判断した。堀場製作所とテクノス社は共同で、検出器の高性能化と機構部の高精度



図1 液晶品位検査装置 FP-2000
Liquid crystal display quality inspection unit FP-2000

化により、目視検査以上の機能を有したLCDモジュール対応の液晶品位検査装置FP-2000(図1)を開発した。

2. 装置の構成

FP-2000は、検査ステージ、検出器、データ処理部、信号発生器部、表示部、電源部から構成されている。これらを制御するコンピュータは、処理機能に応じMain-CPUおよびSub-CPUとに分け、さらにOSとしてWindows™95を使うことにより、高精度でかつ操作性の向上をはかっている。図2にFP-2000のソフトウェア構成を示す。

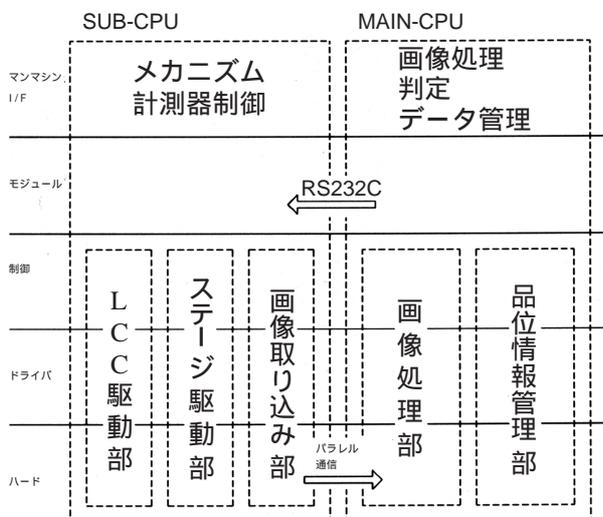


図2 FP-2000のソフトウェアの構成
Construction of FP-2000 software

3. 検出原理

FP-2000の検出原理は、リニア・アレイ型のCCDカラーセンサ(以後CCD)でLCD画面全体をコピー機のように走査し、LCD各画素ごとの輝度を測定することにより欠陥を検出する。図3に輝度測定部の機構部を示す。

3.1 検出器

本CCDは、光の三要素R.G.B.各々につき約5000の画素を有しており、LCDのR.G.B.画素からの発光強度を精度よく検出する。CCDと被検査体(LCD)の位置関係を図4に示す。19インチサイズのLCDに対しては、最大3450万画素の輝度を測定することになる。これは、LCDの約300万画素数に対し10倍以上の画素数で測定することになり、これは従来のカメラタイプの10倍程度の高分解能を有し、欠陥が高い精度で検出できる。

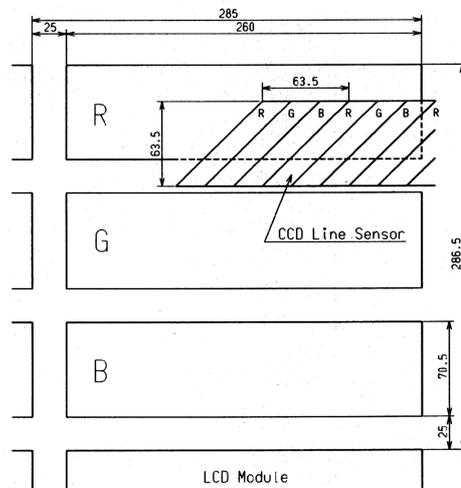


図4 LCDモジュールとCCDの位置関係
Positional relations between LCD module and CCD

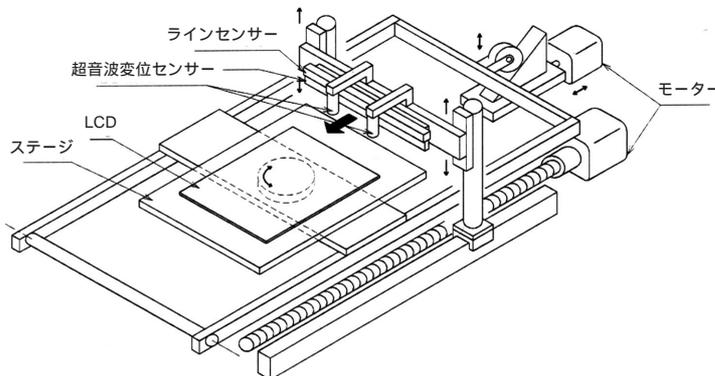


図3 FP-2000の輝度測定部の機構
Mechanism of the illuminance measurement portion of FP-2000

3.2 輝度補正

CCDは約15,000画素からできており、これに装置の機械系に起因する感度のバラツキが重複する。これらの影響を取り除き、精度高く欠陥を検出するために輝度補正する。

絶対輝度計を用いて校正された標準光源で、CCD各素子の感度分布を予め測定しておき、そのデータを基準として、LCD輝度の実測値を式(1)にて補正する。

$$I_{out} = (I_{in} - I_b) / (I_w - I_b) \times K \quad \text{--- (1)}$$

- I_{in} : 入力信号
- I_{out} : 補正後の信号
- I_b : 黒レベル信号
- I_w : 白レベル信号 (標準光源の信号)
- K : 定数

図5にシェーディング補正試験結果の一例を示す。

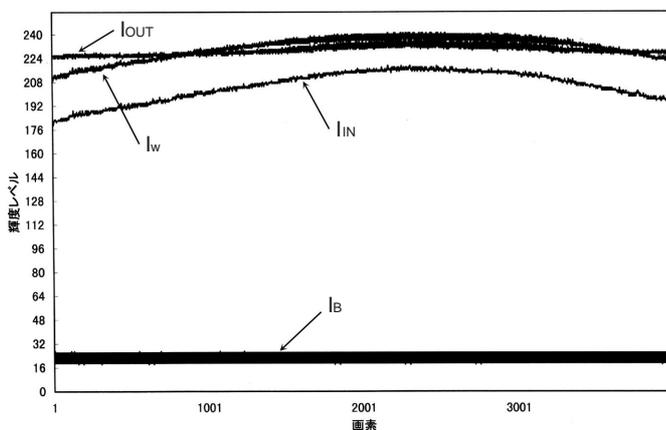


図5 シェーディング補正テスト結果
Shading correction test results

3.3 カラーコレクション

LCDはR.G.B. 3種類の画素から1つの単位画素を構成している。一方、CCD検出器もR.G.B.画素を有しており、LCDのRはCCDのRで、GはGで、BはBのように両方の画素が対応するように輝度を測定する必要がある。

しかし、例えば、LCDから発したRの光は、CCDのカラーフィルタの波長特性により、GおよびBの画素も僅かながら感応する。そこで、R.G.B.の信号を、式(2)を使ってこの重複成分を補正する(カラーコレクション)

$$r = a_{11}R + a_{12}G + a_{13}B$$

$$g = a_{21}R + a_{22}G + a_{23}B$$

$$b = a_{31}R + a_{32}G + a_{33}B$$

R, G, B : 入力信号

r, g, b : 補正後の信号

このようにして得られた発光強度は、A/D変換され256階調段の輝度データとしてメモリーされる。LCDの1画素当たり約10個の輝度データが得られるが、これを平均化するとともにR.G.B.による色度も考慮して各画素の輝度データとする。

3.4 各種欠陥の検出

得られた輝度データを画像処理し欠陥の検出を行っている。画像処理はニューロ機能に近い演算処理機能を有しており、点欠陥や線欠陥、ムラなど各種欠陥を検出することができる。この処理機能の特長は、隣接する画素の輝度データを比較するだけでなく、色ムラなど広がりを持つ欠陥に対しても非常に有効に判断できる点にある。

検出された各種の欠陥は、種類別にCRT上にマーク表示されるとともに、LCDと同じ色でカラー表示し、視覚的に判断しやすくしている。また、点欠陥、とくに黒点欠陥のような判別し難い欠陥に対しては10倍の拡大し、非常に見やすく表示できる。また、各欠陥の位置はX-Y座標軸情報としてメモリーされており、検査後の欠陥解析に便利である。

4 . 特長

本検査装置は次のような特長を有している。

最大3500万画素の輝度を測定するため、従来のカメラタイプの検査装置に比べ約10倍以上の高分解検査ができる。

LCD面に対し垂直方向で測定しており、LCD特有の視野角特性による検査のバラツキが発生しない。装置全体は1490mm(H) × 810mm(D) × 1410mm(W)とコンパクトながらも、最大19インチのLCDに対して検査が可能である。

5 . 基本性能評価

各種点欠陥を検出した測定例を図6に示す。黒点欠陥、各R (赤ベタ)、G、Bでの白点欠陥、R.G.B. 総合での欠陥など、各種の欠陥が高精度で検出できていることが分かる。表1にFP-2000の検査項目例を示す。



図 6 欠陥表示画面の一例
Example of defective display screen

表 1 FP-2000 の検査項目例
Table1 Typical inspection items of the FP-2000

- 1 . 特定基準線の位置
- 2 . リング状のコントラスト欠陥
- 3 . 線状欠陥
- 4 . 点状欠陥
- 5 . 斜め欠陥
- 6 . ブロック状欠陥
- 7 . スジ状欠陥
- 8 . 不定菰なシミ状欠陥

6 . まとめ

以上述べたように、今回開発した液晶品位検査装置 FP-2000は優れた特性と高い機能をもっており、目視検査の自動化に向けて大きく貢献できるものと確信している。今後は、多品種少量の製品をより早く処理したいというお客様のニーズにお応えするため、点灯検査時間を一層短縮し、モジュール検査からセル検査への展開を目指したいと考えている。



片西章浩
Akihiro KATANISHI
半導体システム開発部



西條 豊
Yutaka SAIJO
半導体システム開発部 部長



山田芳孝
Yoshitaka YAMADA
株式会社テクノス



細田俊弘
Toshihiro HOSODA
株式会社テクノス

Feature Article
特集論文

マスフロー - コントロ - ラの技術動向とエステックの対応

Trends in Mass Flow Controller Technology and the Approaches Taken by ESTEC Inc.

清水 哲夫 霜村 光造 山口 正男 西川 正巳

(株式会社 エステック , ホリバグループ)

要旨

半導体デバイスの高密度化はますます進んでおり、現在製品化されている64M-DRAMのデザインルールはハーフミクロン以下となっている。これらの超高集積デバイスの製造装置には、高信頼性、高スループット、低コストが要求されている。とくに、ガス供給系のキーデバイスであるマスフローコントローラへの要求は厳しい。本稿ではの技術動向と株式会社エステックの対応について述べる。

Abstract

The density of semiconductor devices has been continuously increased to a point where a half-micron or smaller size has become the design norm of the current 64M-DRAM production models. This trend for very large integration dictates the need for more reliable and less costly production equipment which can also achieve a higher throughput. Particularly, rigorous demands are made of the mass flow controller, a key device of the gas supply system associated with the production equipment. This paper describes trends of mass flow controller technology and the measures taken by STEC Inc. to follow these trends.

1. はじめに

マスフロー - コントロ - ラ (Mass flow controller : MFC) は流体の質量流量を電気的に制御する装置として、広範囲な産業分野で使用されており、とくに、半導体製造工場のほとんどのウェハプロセスにおける気体や液体の計測・制御に広範囲に使われている。プロセスの高度化・多様化にともないMFCへの要望も多様化しているが、基本的には、基本性能・信頼性の向上、ウルトラクリーン、製作及びメンテナンスリードタイムの短縮、自己診断機能、ハード、ソフトの標準化によるトータルコストダウン、ガス供給系としてのトータルギャランティー、安全性・環境面への対応などがMFC開発のポイントとなる。以下にMFCの技術動向と当社での対応について述べる。

2. MFCの技術動向

ウェハの処理方式がバッチ式から枚葉式へ移行するに伴い、高速処理の要求からMFCの応答速度は現在1秒以下にまで性能が向上している。これはMFCのコントロールバルブの熱膨張を利用したサーマル方式からピエゾまたはソレノイド方式に変更することにより達成された。また流量センサも構造、駆動回路等の改

善により1秒以下の応答性が得られている。

一方、クリーン化の4原則である、外部リークフリー、アウトガスフリー、パーティクルフリー、デッドボリュームフリーの要求に対しは、それぞれ次のような手法で対応をしている。

- ・メタルオリングによる外部シールにより外部リーク 5×10^{-12} Pam³/h 以下を達成
- ・接ガス部のオールメタル化及び内面研磨による脱ガスの極小化の達成。
- ・バルブシートの平坦化による、パーティクルの排除。
- ・メタルダイヤフラムバルブの採用による、デッドボリュームの極小化の達成。

一方、さらなる半導体デバイスの高集積化と多様なニーズへの対応のため、次に述べる小型化・集積化、特殊用途への対応、デジタル化などによる高性能化を行っている。

3. 小型 MFC

小型MFCは製造装置のクリーンルーム内での専有床面積の低減、ガス系のデッドボリュームの低減などダウンサイジング対応機種である。図1に当社の小型マスフローコントローラ SEC 7300 シリーズを示す。



図1 小型マスフローコントローラ SEC 7300 シリ - ズ
Compact Mass Flow Controller SEC-7300 Serie

SEC 7300シリ - ズは次のような特長を有している。

- ・イン / アウトの継手間距離が従来機種に比べ 18mm 短く 106mm である。
- ・フルスケ - ル 5CCM から 30LM まで同一継手間距離であり、流量変更に伴う配管の変更が不要。
- ・5%以上の全流量域においてほぼ 1 秒以内の応答速度が得られている。
- ・アウト側継手の下側取り出しが可能であり多様なガス系の形状に対応可能。
- ・酸化クロム不動態化(CRP)処理(オプション)により、超高純度ガス供給系、腐食ガス供給系にも対応可能。
- ・本体の幅が 28mm のため配管ピッチ 30mm に対応可能。

このように取り付け自由度が高い構造の小型 MFC は、今後、製造装置のダウンサイジングが進められる上でますます重要性が増してくるものと考えられる。

4. 集積化ガスシステム

従来のガス供給系は、個別コンポ - ネットを配管で接続してきた。さらなる、ガス供給系の小型化の目的で、個別コンポ - ネットを直接接続してガス供給系を組み立てる集積化ガスシステムが多く開発され製品化されている。しかし、過度の小型化・集積化はシステムの施工やメンテナンス時の取り扱いに支障をきたす場合もある。ガス供給系全体としては、小型化だけではなく、生産性、メンテナンス性といった面からのト - タルコストダウンも重要なファクタになる。

以下に集積化ガスシステムへの要求事項と当社の対応をまとめた。

(1) 耐食性の向上

ガス供給システムを構成するコンポ - ネットの接続方法は、従来、コンポ - ネット自体に構成された継手と溶接により構成された流路配管継手とを接続する方法が採られている。この方法は、小型化や仕様変更な

どには対応しにくく、溶接箇所が多いため耐食性に劣る。集積化ガスシステムでは、各種の平面シ - ル方法により、配管、継手及びコンポ - ネット間の溶接箇所を激減させ耐食性向上を図っている。

(2) 高メンテナンス性

全てのコンポ - ネットが共通の接続形状となっており、上方向から垂直荷重で組み込まれている。このため施工・メンテナンス時のコンポ - ネット脱着を容易に行うことができる。

(3) ト - タルコストダウン

ガス供給系のトータルのコストダウンをはかるため次の諸点が配慮されている。

- ・溶接箇所を大幅に減らし、溶接施工時間の短縮、溶接費用を削減。
- ・ガス供給系全体の小型化により省スペース化。
- ・据え付け時間、メンテナンス時間の短縮。
- ・構成パ - ツの標準化による設計・製作時間の短縮。

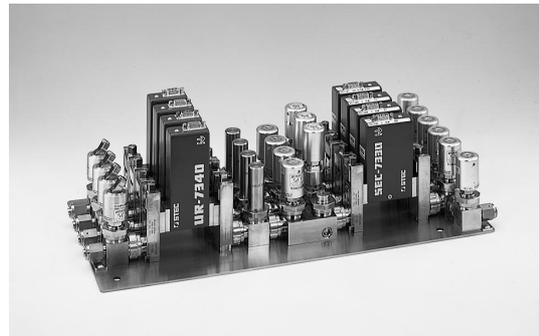


図2 集積ガスシステム
Integrated Gas System

集積ガスシステムの1例を図2に示す。

集積ガスシステム化をはかることにより、ガス供給系の高性能化、ダウンサイジング、ト - タルコストダウンといった様々な要求に柔軟な対応が可能となる。しかし、一方では、各コンポーネントの接続部がメーカー間で異なるなどの不都合も少なくない。この点に関しては、メーカ、業界を越えた標準化が必要で当社も積極的に関与している。

5. 特殊用途への展開

5.1 傾斜影響対策 MFC

半導体製造装置の小型化にともない、ガス系も垂直方向にレイアウトされる事が多くなっている。また、プ

ロセスの多様化にともい、使用されるガスの種類も非常に多くなっている。しかし、分子量の大きなガスを垂直にマウントされたMFCで使用すると、センサー部分で加熱されたガスがMFC内部で循環を起す傾斜影響（サーマルサイフォン現象：図3）を生じ計測精度が低下する。

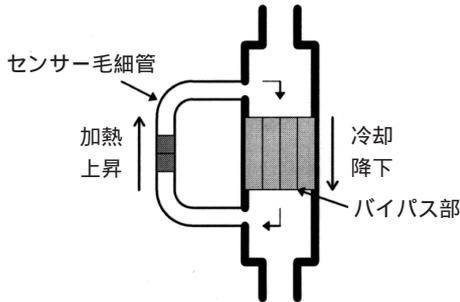


図3 サーマルサイフォン現象
Thermal siphoning effect

当社では、流量センサー部分に対流を防止するためのヒーターを追加することにより、あらゆるマウント方向に対して、サーマルサイフォン現象の発生を原理的に排除したSEC-4400MFの製品化を行った。センサーの構造を図4に、対策前後の傾斜影響を図5に示す。傾斜影響は13% FSから0.3% FSへと大きく改善されているのがわかる。

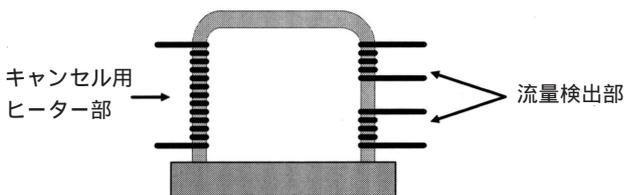


図4 サーマルサイフォン現象対策センサの構造
Structure of the redesigned sensor for thermal siphoning effect

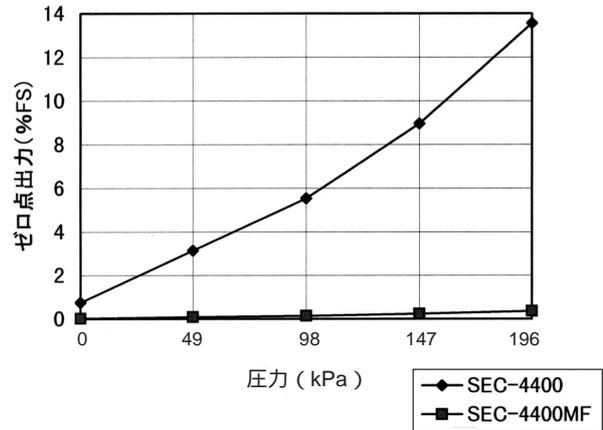


図5 サーマルサイフォン現象対策の効果
Zero point shift before and after the design change

5.2 低差圧対応 MFC

イオンインプラプロセスに使用されるガスには、アルシン・ホスフィンなど、ハンドリングに危険を伴うガスが使用される。これらのガスを安全にハンドリング可能としたのがSDS(Safe Delivery System)と呼ばれる供給方式である。このシステムに使用されるシリンダにはゼオライトと呼ばれる多孔質結晶状の物質が封入されており、充填ガスはこれに減圧状態で吸着されている。従って、仮にリークが生じても大気中に吹き出すことはなく危険性は低い。また安全面だけではなく、通常的气体ポンベに比べ5～10倍の供給量があるため、ランニングタイムが長く、プロセスのダウンタイムの低減や、シリンダー交換時のコンタミを低減できるなどのメリットがあり、近年非常に注目されている。

SDSで使われるガスシリンダの内圧と残量の関係は図6のように非線形となっている。このため、この供給系に使用されるMFCには、低圧(1.3kPa程度)まで安定にガスを制御可能なことが要求される。従来のMFCでは、6.7kPa付近までしか制御することができず、約50%の材料を残したままシリンダーを交換することとなる。

当社では、SDSに対応するため、流量センサーの内径を太くした低差圧対応のMFCとしてSEC-7300LDを製品化した。これによりMFCの1次側圧力が1.3kPa付近になるまで、安定に供給することができる。SEC-7300LDは、SDSだけではなく、低蒸気圧の材料に対しても対応可能である。

<サーマルサイフォン現象>

MFCの流量検出部は通常100程度に加熱されている。この部分で温められたガスは、センサー毛細管内で対流を起して上昇し、バイパス部分で冷却されながら降下し、再びセンサーに戻るガス循環を起す。この循環はMFC部だけで完結する結果、制御系全体にはガスが流れていないにも関わらずセンサー・バイパス部分を循環しているガスが検出され、ゼロ点がシフトする。また、ガスを流した場合には、流量誤差が生じる。この現象は次の条件が重なった場合に起こる。

MFCが垂直に取り付けられている。分子量の大きなガスを使用している。(一般的に分子量が100以上) 高い圧力で使用している。(ゼロのシフト量はガス圧力に比例する。)

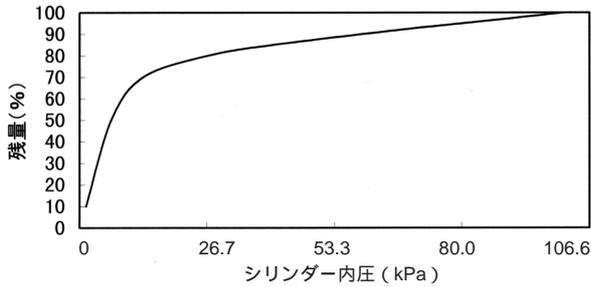


図6 SDSシリンダの内部圧力と残量の関係
Relations between internal pressure and residual gas amount of a cylinder of SDS

6. デジタル化

6.1 デジタルMFC

半導体プロセスの多様化, 高精度化に伴い, MFC に対しても高精度・高機能が求められている。これらの要求にこたえるため, 当社では, CPUを内蔵し, 信号処理・通信系をデジタル化したデジタルMFCを製品化している。図7にデジタルMFCの構成を示す。信号処

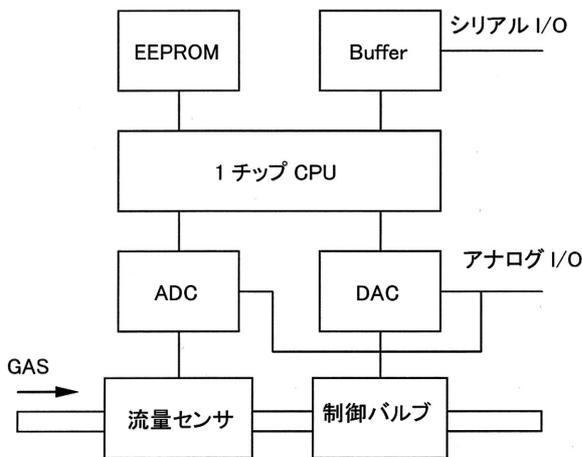


図7 デジタルMFCの構成
Structure of the digital mass flow controller

理のデジタル化により, 自己診断機能, 仕様変更, 高精度, 高速応答等の高機能化が可能になった。また通信のデジタル化により, 伝送誤差の排除による高精度化及び配線の簡略化が可能になった。今後デジタルタイプは, アナログに代わりMFCの主流になるものと考えられる。

6.2 プロトコル標準化

デジタルMFCでの大きな課題として通信方式の標準化がある。SEMI(Semiconductor Equipment and Materials International)では, Device NetとLon Work及びSDS(Smart

Distributed System)を標準通信方式として採用している。

Device Net に対しては, 当社では ODVA (Open DeviceNet Vendor Association Semiconductor Special Interest Group)の動きに従って開発を進めているが, Lon Work についてもサンプルを出荷しており, お客様の事情に合わせて積極的に対応している。

7. おわりに

以上述べてきたように, MFCへの市場の要求はますます厳しくなっている。当社は, 性能, 品質, 納期, そしてコストなど様々な課題を一つ一つ克服し, MFCのリーディングカンパニーとして, 市場の要求に積極的にお応えしていきたいと考えている。本稿がきっかけとなり, お客様から, さらなる問いかけをいただけることを願っている。



清水 哲夫
Tetsuo SHIMIZU

株式会社 エステック, ホリバグループ
開発設計部 副部長



霜村 光造
Mitsuzo SHIMOMURA

株式会社 エステック, ホリバグループ
開発設計部 ソフトチーム リーダ



山口 正男
Masao YAMAGUCHI

株式会社 エステック, ホリバグループ
開発設計部 チーム リーダ



西川 正巳
Masami NISHIKAWA

株式会社 エステック, ホリバグループ
開発設計部

Feature Article
特集論文

In-situ Thin Films Process Control

Jean CANTELOUP Jean-Philippe VASSILAKIS Eric FLUCK Pascal AMARY

(Instruments S.A. JOBIN YVON-SOFIE Division, HORIBA Group)

ABSTRACT

The need for in-situ process control led to the creation of SOFIE Instruments company. Sofie was founded in 1983 as a spin-off from two French organizations, the University of Orsay and CIT Alcatel (Semiconductor Division). SOFIE's primary activity consists of the study, development and manufacturing of instruments for in-situ thin film process control and analysis utilizing techniques such as Optical Emission Spectroscopy, Interferometry and Imaging, Ellipsometry, and Langmuir Probes.

Sofie products are constantly evolving, driven by the innovations of their engineers working in collaboration with customers. The new ideas developed at Sofie on sensors and analytical methods are protected by numerous international patents. The competitive edge of our products is based on the originality of the architecture, smart sensor technology, analytical methodology, and unique signal processing.

1. ARCHITECTURE

In order to meet different requirements that often change very quickly, our systems are based on a flexible and modular architecture consisting of three levels.

(1) Level 1

State of the art sensors including monochromators, spectrographs, laser or white light interferometers, an in-situ ellipsometer, Langmuir probes, a mass spectrometer, particle counter, DC Bias and RF electrical analysers, and temperature monitors interface with process chambers to measure a wide variety of parameters for controlling processes and determining plasma characteristics.

Thousands of US \$

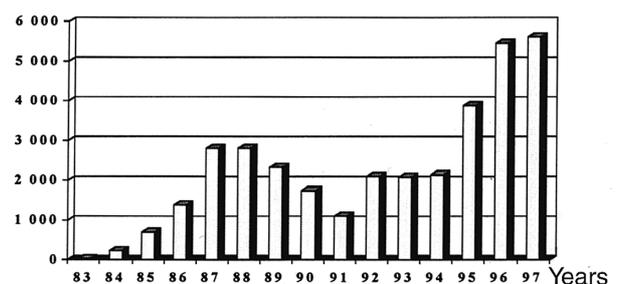


Fig.1 Turnover history of SOFIE

In-situ 薄膜プロセス制御

1983年に設立されたSOFIEは、優れた光学技術をベースに、各種の半導体プロセス用とくに薄膜関連の計測制御システムの開発・製造を行っている。当社の製品の競争力は、独創的なアーキテクチャ、スマートなセンシング技術、ユニークな信号処理などにささえられている。図1に当社の売上高推移を示す。

1. アーキテクチャー

半導体業界の多彩で激しい変化に対応するため、SOFIEの計測・制御システムは、フレキシブルなモジュール方式の3段階のアーキテクチャから構築される。

(1) レベル1

分光器、エリプソメータ、質量分析計などの分析機器が各々独立にチャンバに接続され、プロセスの計測や管理を行う。

(2) レベル2

センサの出力はパソコンをベースとしたサブステーションに入力され、ここで信号処理や演算処理を行い、プロ

(2) Level 2

The second level is composed of PC based substations communicating with the sensors through acquisition boards. One station can be connected to up to two sensors and any of the variety of sensors can be utilized.

Each station performs such tasks as enhanced numerical filtering, derivative calculation, local data base support, and Fourier transformations. For process control functions there is a remote control link from each substation to the equipment.

(3) Level 3

Level 3 involves overall system control and coordination utilizing a supervisor computer. This is necessary for complex multichamber and multisensor applications. In a simple one chamber application, user interface functions can be controlled directly at the sub-station level. But in complex environments where several stations have to work together, a supervisor must exist to provide a common user interface and data base support for a group of stations. The supervisor is linked to the stations through a local area network. It also supports a direct SECS II communications link to the equipment. Overall depending on which level of architecture is used, there will be different access to the equipment.

1.2 Configuration

The selection of a configuration, either a stand alone unit, (one station with up to two sensors), multichamber, or cluster tool configuration depends on the application.

Consideration must be given to :

- the number of stations
- the type of sensors required
- the type of communication protocol

In addition, the communication interface with the tool is crucial for accurate process control. Our software provides

protocols to communicate with most of the equipment manufacturers present on the market. SOFIE has the ability to quickly adapt to any new tool if the communication protocol is provided.

1.3 Benefits of design

- A high level of flexibility is possible on each level of architecture (sensors, network, user interface or communication protocols). This provides a wide variety of solutions for any application.
- The ability to synchronize different stations on the same chamber. The system provides a common data base to store information on runs from different chambers which is very useful for comparison.
- The network based architecture allows parameter passing from one sub-station to another sub-station. The value of a measurement made in one chamber of a cluster tool can be sent to another sub-station and used by another endpoint detector in a different chamber on the same cluster tool.

Figure 2 shows the architecture for a cluster tool with four chambers.

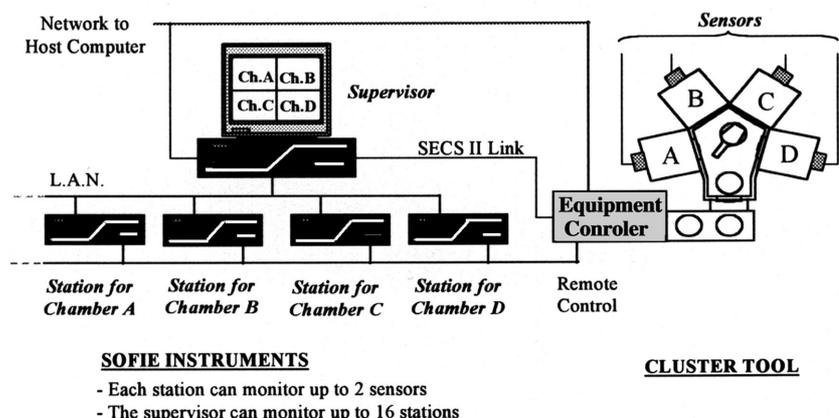


Fig.2 Architecture for a cluster tool with four chambers

セス機器に制御信号を送る。各ステーションには最大2個のセンサが結合できる。

(3)レベル3

マルチチャンバ、マルチセンサからなる複雑なプロセスでは、統合コンピュータを使って総合的に複雑な計測制御を行う。ステーション群と統合コンピュータの間はLANを通じて通信される。

1.2 コンフィギュレーション

計測・制御システムとしてスタンドアロン型か、マルチ・チャンバまたはクラスタ・ツール型のいずれを選ぶかは、ステーション数、センサの種類、通信プロトコルの種類などを考慮して決定される。当社のシステムは、各種の設備機器、通信システムに素早く対応できる。

1.3 システム構築上の利点

- 自由度が高く、あらゆる用途に対して多様なシステムを提供できる。
- データベースが共通化されており、チャンバ間のプロセス情報を共有できる。
- システム全体がネットワークで結ばれておりサブステーション間で情報交換が自由にできる。

例えば、終点検出器の情報を異なるチャンバ間で共有することができる。

図2に4つのチャンバを持ったクラスタ・ツール用アーキテクチャーを示す。

2. ORIGINAL SENSORS

A key part of the system is the availability of a variety of smart sensors each designed to monitor specific process steps and critical parameters in the same or different chambers of a cluster tool.

2.1 Optical Emission Spectroscopy (OES)

The plasma light provides a wealth of information about the etch state, chamber properties, and species reactivity. Usually, this information is easily exploitable. One way to use this information is in determining the endpoint of an etch process. It relies on the simple fact that when one etches through a layer and hits a chemically different underlayer, the plasma composition, and therefore the emission spectrum, changes as the new layer is etched and appears in the plasma.

<Benefits of the SOFIE OES system>

Our OES systems allow the ability to synchronize low and high resolution monochromators, in order to have a vision of the full spectrum and simultaneously to focus on one specific part chosen by the user with higher resolution.

2.2 Interferometry and Imaging

Interferometry is a powerful technique consisting of illumination of the surface and measuring the reflected intensity from several layers. This sensor allows the determination of the etch or deposition rate, the thickness, and the selectivity. Both monochromatic, for differential measurements, and spectroscopic, for absolute measurements of the thickness are available.

<Benefits of the SOFIE Interferometric system>

For complicated structure with small critical dimensions imaging capability is necessary. We provide a Sofie patented camera combining a compact interferometer and a CCD sensor for wafer observation and spot alignment. Attached to a motorized X-Y table, this system allows patterns recognition. Bringing a compact optical head that includes the interferometer, CCD imaging, and positioning stages for pattern recognition all together in one very compact package.



Fig.3 The SOFIE Interferometric system

Figure 3 shows the SOFIE Interferometric system.

2.3 Langmuir Probe

A Langmuir probe system consists of a thin conductive wire inserted into the plasma. By applying a voltage ramp to this wire an I(V) characteristic is obtained. Then, by using a suitable theory, the following plasma parameters can be determined: ion density, electron density, floating potential, plasma potential, electron energy distribution function (EEDF) and temperature. The spatial distribution of the parameters can be obtained by scanning the probe inside the chamber.

<Benefits of the SOFIE Langmuir Probe>

A recently developed SOFIE product combines the Langmuir probe with the Optical Emission Spectroscopy on a single sensor. This association allows the user to synchronize the two measurements in order to have the spatial distribution of the parameters described above, as well as the spectral distribution of a line to get, for instance, more information on the uniformity.

2.4 Electrical Measurements and DC Bias Voltage

Etch and deposition plasmas are largely determined by electrical variables like RF power, power distribution etc. Knowledge of electrical properties is therefore essential to understanding plasma characteristics and can be useful for

2 . 独自のセンサ群

SOFIE の計測・制御システムの特徴は独自のインテリジェント・センサを幅広く活用できる点にある。

2.1 発光分光分析装置(OES)

プラズマからは、エッチングの状況、チャンバの特性、フラグメントの反応性など様々な情報が得られる。エッチング工程におけるエンドポイント検出はその典型例である。

< OES の特長 >

高・低二つの分解能の分光器を組み合わせることにより、スペクトル全体および任意の特定スペクトルの両方を同時に捕らえることができる。

2.2 干渉計と画像作成機能

干渉計によりエッチング速度、デポジッション速度、膜厚、選択性の判定などができる。

< 干渉計の特長 >

小型の干渉計と CCD カメラを組み合わせにより、ウエハの観察や微細なアライメントが可能となる。干渉計、CCD カメラ、X-Y ステージがコンパクトにまとめられている。(図 3)

process monitoring. One of these variables is the DC voltage (DC Bias) building up between the polarized RF electrode and the mass. Its importance depends on the process under consideration. In physical etch processes by ion impact for instance, this parameter will largely determine etch properties since the DC Bias creates the accelerating tension for the ions.

3. SIGNAL PROCESSING

Several trends in the semiconductor market are driving the need to improve signal processing : the need to increasing yields in wafer manufacturing, the need to produce small critical dimensions (which leads to a deterioration of the signal to noise ratio), and short process times (the system then has less data to fit the phenomenon with the suitable theory and detect the endpoint).

3.1 Endpoint algorithms

Accurate endpointing represents a main customer goal. It consists of finding a special signal variation pattern during the run analysis using a defined model in order to immediately stop the process. This endpoint detection must be very reliable, must allow parameter tuning to eliminate bad patterns and to guarantee to meet the needs of manufacturing. With the constant development of new technologies, endpoint methods are continuously updated to combine DSP numerical techniques, cross sampling methods, run to run variations, and improved detection sensitivity even inside noisy signals. Several endpoint methods can also be combined for enhanced endpoint detection.

3.2 Reprocessing Capability

Process application engineers are under enormous pressure to shorten time to production, in addition they must minimize the number of development wafers used. The reprocessing software embedded in the family of SOFIE instruments permits the process engineers to replay a previous run in an accelerated mode in order to simulate

and verify all signal analysis and all parameter settings without processing additional wafers. It is even possible to do reprocessing analysis outside of the clean room and to utilize the knowledge of our customer support team by sending files on internet to SOFIE.

3.3 Alarm management

In addition to endpointing, SOFIE systems are capable of detecting other process events or wrong process conditions which could lead to an endpoint miss and the resultant scrapping or reworking of production wafers. Our powerful alarm methods can be selected to analyse and detect process problems before wafers are ruined or require costly rework. Depending on the alarm condition found, appropriate actions can be taken for example: immediate stop, continuing to a default time, and database warning.

Table 1 shows available sensors for in-situ process control product ÅDIGIFAMILYÅh .

4. CONCLUSIONS

The family of SOFIE products offers the customer state of the art instrumentation for semiconductor process control. We are unsurpassed in the flexibility and innovation in all aspects of our design. Whether it's the instruments, sensors, software, or the open architecture of multichamber control, our solutions represent the cutting edge of process control technology. Just as important as our products are the people of SOFIE and their commitment to being the best in the industry . We provide a level of customer support that consistently wins the appreciation of our customers. The passion of the people at SOFIE for being the best in the industry is experienced by every customer we serve.

2.3 ラングミュア・プローブ

チャンバ内にラングミュア・プローブ挿入し、イオン・電子密度、浮遊電位、電子エネルギーの分布 (EEDF)などを計測する。

<ラングミュア・プローブの特長>

ラングミュア・プローブと発光分光分析計とを組み合わせると、プロセスのスペクトルの空間分布が測定でき、得られる情報が格段に増える。

2.4 電氣的測定と直流バイアス電圧

プラズマエッチング・デポジションの状態は、RF強度や直流バイアスなどの電気条件によって左右されるため、これらの計測・制御が重要となる。

表 1 に当社のその場型 薄膜プロセス制御用センサ(DIGIFAMILY)の測定原理とキーテクノロジーをまとめた。

3 . 信号処理

生産プロセス側からは、歩留まり向上、より微細な加工、サイクル・タイムの短縮など、計測面から見ると厳しい様々な要望が出されている。

Table 1 Available sensors for in-situ process control product DIGIFAMILY

PRODUCTS	PRINCIPLE	KEY TECHNOLOGIES
DIGISEM	Optical emission spectroscopy Applications : Endpoint detection Uniformity control Plasma Diagnosis Contamination Control Chamber cleaning control	Signal processing Endpoint algorithms Synchronization between 2 monochromators Embedded software elasticity allowing the same tool from R&D to full manufacturing automation
DIGILEM	Laser interferometry : End point detection Layer thickness monitoring Remaining layer thickness Etch and deposition rates Trench depth Selectivity	Signal processing Endpoint algorithms Alarm management Interferometry and Imaging : Patented camera including a CCD sensor for wafer observation and pattern recognition
DIGIPROBE	Langmuir probe (electrostatic probing) : Ion and electron density Floating potential Plasma potential Electrons energy distribution Function (EEDF) Electron temperature Plasma uniformity	Signal processing fast acquisition Cleaning capability Radio frequency current measurement
DIGITOM	Spectroscopic interferometry : Absolute thickness in-situ measurement	Signal processing Pattern recognition Layer optical modelling The determined thickness can be sent to another chamber and used for endpointing another step Avoid off-line measurements
DIGIBIAS	DC bias, RF or peak to peak voltage Applications : Chamber contamination Wet clean monitoring	
DIGITWIN	Combined OES and Interferometry : Endpoint detection Etch and deposition rates Plasmas diagnosis, etc...	Signal processing Endpoint algorithms Endpoint conditions associating two different sensors
	Combined OES and Langmuir probe	local plasma diagnosis by simultaneous optical and electrical measurements
MULTISEM	Multisensors and Multichambers platform	Real-time supervision of all sensors, all chambers PC and Network based architecture Total flexibility allowing combination of up to 16 different sensors



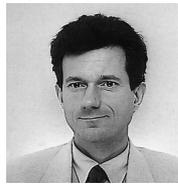
Dr. Pr. Jean CANTELOUP

Founder,
General Manager
Instruments S.A. JOBIN YVON-SOFIE Division, HORIBA Group



Jean-Philippe VASSILAKIS

Founding member,
Software Engineering Manager
Instruments S.A. JOBIN YVON-SOFIE Division, HORIBA Group



Dr. Eric FLUCK

Sales and Marketing Manager
Instruments S.A. JOBIN YVON-SOFIE Division, HORIBA Group



Dr. Pascal AMARY

R & D Manager
Instruments S.A. JOBIN YVON-SOFIE Division, HORIBA Group

3.1 終点の検出

正確な終点検出は不良パターン排除のためにも重要である。DSP(Digital Signal Processor)を使った数値計算, クロス・サンプリング, 工程間変動, 信号対雑音比の改善など, 最新の手法が試みられている。複数の終点検出法を組み合わせることも高精度化には有効である。

3.2 プロセスの再生

開発段階の時間短縮とウエハの削減が絶えず要求されている。本計測・制御システムは, ウエハを改めて加工しなくても, 前の工程を高速で再生し, 信号を解析し, 全ての設定条件をシミュレート, 実証することができる。さらに, 顧客からはインターネットを介して当社の支援を受けることもできる。

3.3 アラーム管理

本システムは, 終点検出だけでなく各種の異常を検出し, 警報することができる。アラーム内容を解析し, 内容次第で即時停止, デフォルトタイムまで続行, 警告の記録などの確な対応をとることができる。

4 . 結論

SOFIE の製品は, センサ, ソフトウエア, アーキテクチャいずれもフレキシブルで最先端に行く。当社の従業員が常に業界 No.1 でありたいと願う熱意は, 我々のお客様全てにお感じいただけるものと自負している。

(抄訳: 半導体システム企画開発部 永井良典)

本論文の著者のお一人 Dr. CANTELOUP は 1998 年 6 月 20 日に逝去されました。謹んで哀悼の意を表します。

Feature Article
特集論文

Spectroscopic Phase-Modulated Ellipsometry *--- Application to thin film metrology ---*

Ramdane BENFERHAT

(Instruments S.A. JOBIN YVON, HORIBA Group)

Abstract

Recent advances in thin film technology, especially in semiconductor one, are providing new opportunities and challenges for the development and application of spectroscopic ellipsometry in thin film metrology. Nowadays precise determination of film thicknesses, optical properties and surface morphology are extremely important to produce high quality devices .

The article shows why spectroscopic phase-modulated ellipsometry is extensively used for the characterization of materials (insulators, semiconductors and metals). Main application fields, particularly in semiconductor technology, of this popular optical technique are discussed. Through typical examples accuracy and sensitivity aspects are illustrated.

1. Introduction

Thin film materials pervade our everyday life. We are familiar with transparent conductors in LCD watches and computer displays, antireflection coatings, glass coatings for both color and energy efficiency, a large variety of microelectronic and optoelectronic devices, hard coating... Without thin film technology our way of life would not be the same.

Only about 25 years ago the variety of deposition and etching techniques for preparing thin films based devices was relatively limited. Now a certain level of process sophistication and system integration has been achieved and, consequently, more and more precise characterization of the thin films used is required in order to produce quality devices.

The sensitivity of ellipsometry to thin films and surfaces has been well known for over a century. However, it is only

in the last two decades that this non-destructive technique has become an automated, fast, sensitive and highly reliable tool for thin film structures characterization.

2. Spectroscopic ellipsometry : Theory and data analysis

Spectroscopic ellipsometry measures the change in the polarization state of probing light, introduced by its interaction (through reflection or, more rarely, transmission) with the sample under study, and as a function of wavelength. This change is usually described by two angles () and (), which express the ratio of the complex reflection coefficients R_p and R_s of the sample (the indices $\langle p \rangle$ and $\langle s \rangle$, stand for light polarized parallel (p) and perpendicular (s) to the plane of incidence - see **Fig. 1**):

分光位相変調エリプソメトリ --- 薄膜評価への応用 ---

1. はじめに

薄膜材料は、時計やパソコンの各種電子デバイス材料として日常生活に深く浸透しており、今や薄膜なしでは生活が成立しない。薄膜蒸着技術は急速に進展しているが、良質の薄膜を作るためには評価方法の向上が不可欠だ。エリプソメトリは薄膜の特性評価として優れた手段で、ここ20年間に自動化・高感度・高信頼化が急速に進んでいる。

2. 分光エリプソメトリ：理論とデータ解析

分光エリプソメトリは、物質に光を照射し、主に反射光の偏光状態の変化を波長の関数として測定・解析し、薄膜の光学的性質を知る手法である。(図1)

薄膜の反射率は、基板と薄膜の組成、厚さ、表面アラサにより決り、偏光のパラメータ()および()によって記述される。 と の計算値と実測値との平均二乗誤差()が最小化なるような条件を見出すことにより、薄膜の光学特性を解析する。(式1)

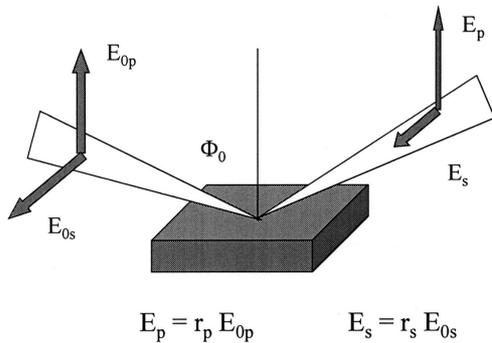


Fig.1 Polarization of reflected light

$$= R_p/R_s = \tan \exp(i \quad)$$

The reflection coefficients are determined by the optical properties and composition of the substrate and the overlying layers, by their thicknesses and morphology, and by surface roughness. In order to deduce the unknown parameters of the sample under investigation, a model which optically describes the sample structure is built. This model contains initial estimates of the parameters sought. The parameters are then varied to generate a set of calculated E_p^{calc} and E_s^{calc} that fits best the measured data.

Data fitting consists in minimizing the mean-square deviation χ^2 between calculated and measured ellipsometric parameters (Ψ and Δ):

$$\chi^2 = \sum_{i=1..N} \sum_{j=1..M} [E_p^{calc}(i, j) - E_p^{exp}(i, j)]^2 + [E_s^{calc}(i, j) - E_s^{exp}(i, j)]^2 / (2N - P - 1) \dots (1)$$

where the sum is taken over all measured wavelengths λ_i and angles of incidence θ_j ; P is the number of unknown material parameters and N, the number of experimental data points. The values of the varied parameters obtained after a χ^2 minimum has been achieved are then taken to be the best statistical estimates of the material parameters describing the sample properties.

3. Spectroscopic Phase-Modulated Ellipsometry (SPME): Principle of operation and instrumentation

The optical set-up of SPME in the UV-visible range is displayed in Fig.2. The excitation head consists of a light source, a polarizer and a photoelastic modulator. After reflection on the sample the emerging light beam goes through an analyzer and a monochromator before being detected by the detector. The last three optical elements form the detection head.

The photoelastic modulator consists of a fused silica block glued to a piezoelectric crystal quartz bar oscillating at the frequency of 50 kHz. This generates a periodic phase shift $\delta(t) = A \sin(\omega t)$ between two orthogonal amplitude components of the transmitted beam.

The detected intensity takes the general form :

$$I(t) = I_0 + I_s \sin(\omega t) + I_c \cos(2\omega t)$$

Where I_s and I_c are function of (Ψ, Δ).

In the UVISEL system, the Fourier analysis of the signal is carried out by a Digital Signal Processor. This fast microprocessor system (cycle time < 100 ns) is especially dedicated to fast fourier transform computation. Finally the DC and the first two harmonics of the signal are continuously transmitted to a PC. The intensity ratios then

directly yield the ellipsometric parameters Ψ and Δ characterizing the sample under study.

3 . 分光位相変調エリプソメトリ (SPME): 動作原理と測定装置

SPMEの光学系は、光源、偏光子および光弾性変調器、検光子、分光器、および検出器とにより構成されている。(図2)

石英製の光弾性変調器により、反射光の直交する振幅成分に位相のズレ $\delta(t) = A \sin(\omega t)$ を生じさせ、光強度を測定する。UVISELでは、専用のDPSを使って高速フーリエ変換し、偏光解析パラメータ Ψ と Δ を解析する。(式2)

4 . 用途

4.1 フラット・パネル・ディスプレイ (FPD)

分光エリプソメトリは、面積が広く多層構造のFPDの評価に適している。

(1) SiO₂/ガラス

ガラス基板上に石英薄膜を蒸着するが、膜厚の均一性が特に重要である。SPMEにより広い面積にわたり、厚さのマッピングが高い精度で測定できる。(図3, 4)

(2) アモルファスシリコンおよび多結晶シリコン/ガラス

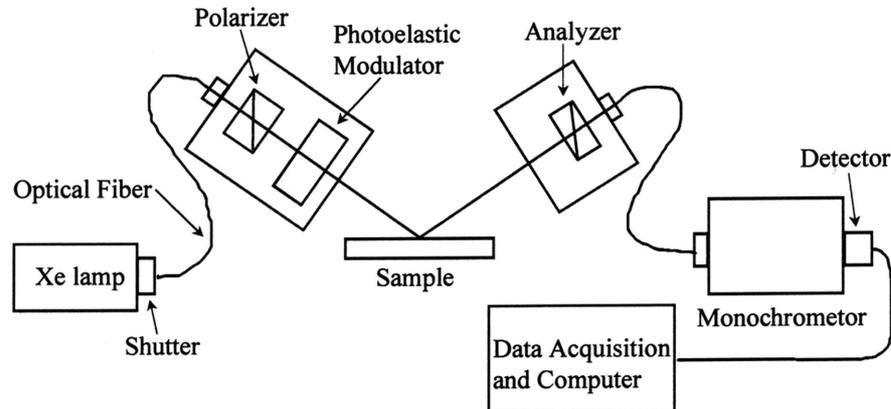


Fig.2 Schematic diagram of the Spectroscopic phase modulated ellipsometer

4. Applications

4.1 Flat panel display (FPD)

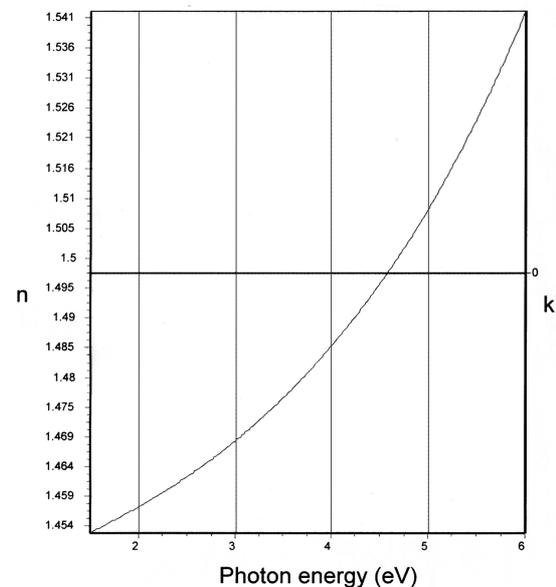
The application of spectroscopic ellipsometry in the field of the flat panel display often involves thin film thickness uniformity and optical properties measurements of a large-area multilayer structures.

(1) SiO₂ / Glass

Silica films are currently deposited as initial layers on glass substrates before further film deposits. Therefore, the thickness uniformity of the silica layer is of crucial importance for the quality of the whole multilayer structure. Phase-modulated ellipsometry is particularly well adapted to the characterization of transparent materials (e.g. silica) since it gives a precise absolute measurement of the ellipsometric phase. Thus, a typical thickness mapping of a large-area silica-deposited glass substrate by SPME is characterized by an Å-scale precision (see Fig. 3, 4).

(2) a-Si and poly-Si / Glass

Amorphous and polycrystalline silicon (Fig. 5) are the building materials of the actual thin film transistor (TFT) technology. The former is easy to deposit and process while the latter exhibits superior electrical properties (higher carrier mobility). The degree of crystallinity, thickness

Fig.3 n,k of SiO₂/Glass

アモルファスシリコンと多結晶シリコンは、薄膜トランジスタ(TFT)によく使われているが、結晶性、厚さの均一性、表面粗さ、酸化度が重要である。SPMEで膜特性を解析することにより、蒸着工程の制御が容易になり最適化がはかれる。図5にガラス上のポリシリコン膜の屈折率を示す。

(3) 透明の導電性酸化物膜(ITO, SnO₂)

ITO, SnO₂膜は透明電極として広く使われているが、蒸着条件によっては光学定数が急激に変化する。(図6) SPMEにより、光学定数の傾斜状態、表面の厚さと粗さなど、さらには、電気的な特性も評価することができる。

(4) 多層膜

FPDの製造工程では多層膜の蒸着がキー・プロセスである。SPMEを使ってFPD各点における光学パラメータを即測定解析し、さらにパネル全面にわたり完全自動マッピングが可能である。

4.2 リソグラフィ -

リソグラフ用光源の多様化に伴い、各種のホトレジスト、反射防止膜、半導体・絶縁体・金属用のエリブソメータが求められている。SPMEは、遠紫外から近赤外まで広い波長範囲にわたって測定できる。これら物質の光学定数を正確に求めることは、ホトリソグラフィ・プロセスばかりでなく、マイクロデバイスの作製全般の最適化にとって大変重要である。

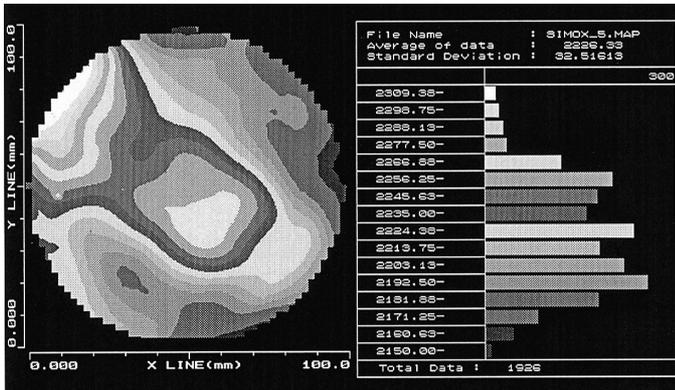


Fig.4 Mapping SIMOX (Si)

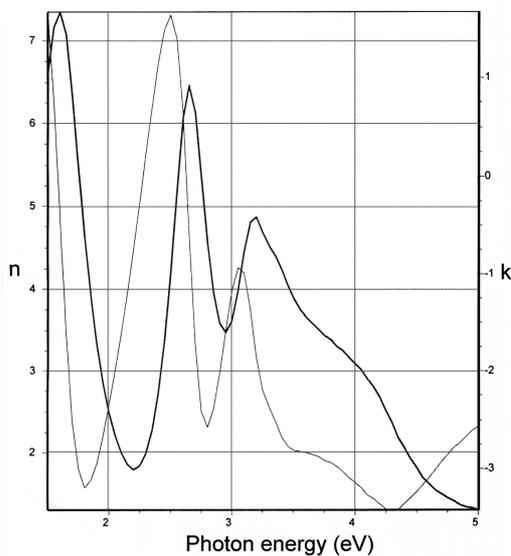


Fig.5 Pseudo <n,k> POLY-Si/Glass

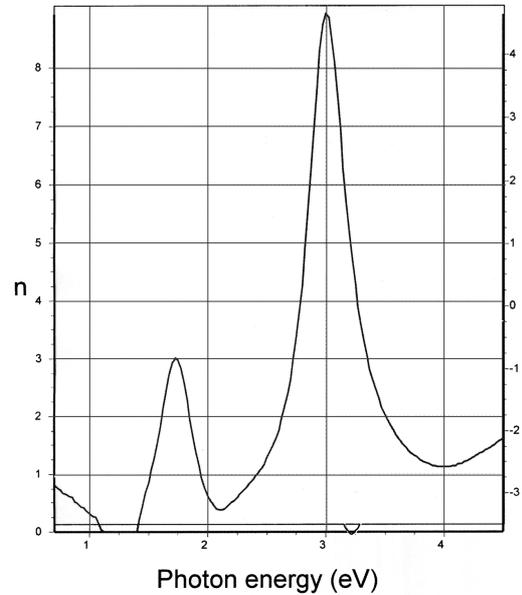


Fig.6 Pseudo <n> of SnO₂/Glass

uniformity, surface roughness and oxidation are the clue parameters to be monitored for a high quality TFT fabrication.

Owing to its high sensitivity and the use of advanced optical constant models SPME is capable of determination of the optical and morphological properties of both a-Si and poly-

Si layers . With its help the deposition processes can be better understood and controlled and, consequently, optimized .

(3)Transparent Conducting Oxides (ITO and SnO₂)
Transparent conducting oxides (especially indium tin oxide, ITO) are widely used as transparent electrodes since they combine high electrical conductivity with good optical transmissivity. Because of the particular deposition conditions these films are known to exhibit an optical constants gradient and non-negligible surface roughness thus making their optical characterization delicate(Fig.6). SPME inherently possesses the required sensitivity in order to successfully characterize such films. Thus, the use of a graded model of the optical constants of the layers enables the determination of essential material parameters such as index profile, surface thickness and roughness . Moreover, through modeling the of the free-carrier absorption in the films SPME provides valuable information on their electrical resistivity.

5 . 結論

本稿では、SPME の応用例は分光位相変調エリプソメトリの持つ潜在能力ほんの一部を紹介したに過ぎない。SPMEの高い感度と精度、充実したソフトウェアは、薄膜のキャラクタリゼーション用として幅広い用途が期待されている。

(抄訳:半導体システム企画開発部 永井良典)

(4) Multilayers

An essential step in the FTP fabrication process is the deposition of multilayered thin film coatings. The determination of the thickness and the optical properties of each individual layer represents a classical problem in ellipsometry and is successfully solved by SPME. Multilayer structures comprising a great number of layers, gradients, periodicity and substrate backside reflection are currently used in modeling SPME measurement results. Once the parameters of the structure having been determined at a given (x, y) point of the FPD, a fully automated mapping procedure can be performed over the entire surface of the panel.

4.2 Lithography

Photolithography is one of the basic processes in the production of microelectronic devices. The actual integrated circuits (particularly high-density memories) require smaller and smaller patterns thus pushing the wavelength of the lithography light to the deep UV (DUV). Therefore, the probing light of the characterization optical technique (e.g. ellipsometry) must follow this trend and, as a consequence, large spectral range DUV (down to 190 nm) SPME has become available. The list of materials studied in this « extreme », spectral region includes various photoresists, antireflective coatings, semiconductors (poly-Si), insulators, and metals. SPME is capable of their optical characterization down from DUV up to near IR. The precise determination of the optical constants of these materials using SPME is of great importance for the optimization of the photolithographic process and the microdevice fabrication in general.

5. Conclusion

Spectroscopic phase-modulated ellipsometry, being a non-destructive, fast, precise and easy-to-use optical technique is on the way of becoming an invaluable tool for the thin film materials characterization. The application fields cited above are only a part of a whole list of various actual and potential applications of SPME to microelectronics or elsewhere. With the increasing complexity and lowering the size of the samples SPME has an ensured future owing to its high instrumental sensitivity and accuracy, and advanced modeling software capabilities.

References :

- D.E Aspnes and A.A Studna, Applied Opt. 14,220 (1975)
- S.N Jasperson and S.E Schatterely, Rev.Sci.Instrument 40,761 (1969)



Dr. Ramdane BENFERHAT

Ellipsometry Product Manager
Instruments S.A. JOBIN YVON, HORIBA Group

New Product 製品紹介

300mm 世代とシステム LSI 製造に対応し、
歩留まり向上に大きな威力を発揮する

レティクル/マスク異物検査装置



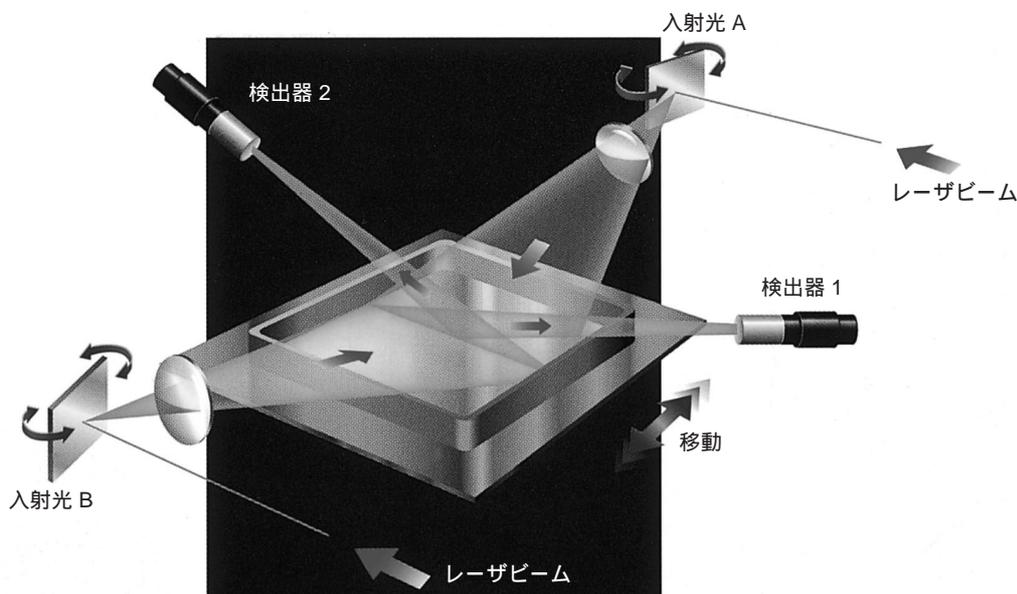
本装置は、露光用レティクルやマスク上の異物を高感度に検出し、その位置を高精度に特定し画像に表示します。本装置は、アルゴンによるレーザ散乱方式を採用することにより、最小検出 $0.35 \mu\text{m}$ の異物を 90% 以上の検出率で測定できます。また、各種のマスクケースに対応する多段ソーヤや各種通信機能を充実させるなど、あらゆる半導体製造ラインに即応できる構成となっています。

測定原理

本装置ではレーザ散乱光方式を異物の検出原理としています。レーザ光は異物に照射されると散乱されますが、その散乱強度を測定することにより異物を検出します。ガルバノミラーにより検査面全体にわたってレーザ光を走査し、散乱光の強度を測定します。レーザ光はレティクルやマスク上のパターンによっても散乱されますが、異物とパターンとは散乱光の偏光特性が異なることから、光学系に偏光素子を挿入して両者を弁別します。

さらに、異物とパターンとは信号に差があることに着目し、独自に開発したローパスフィルタにより弁別効率を高めています。また、光の波長が短いほど散乱強度が強くなるため、本装置ではアルゴンレーザ(488nm)を採用して高感度化を図っています。

これらの革新的な技術改良により、従来誤検出のため難しいと言われていた位相シフトマスク(ハーフトーンマスク)や OPC マスクの異物検査も可能となりました。



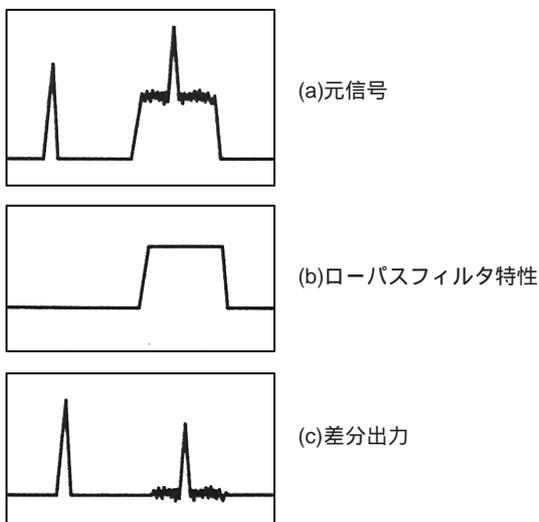
測定原理

特長

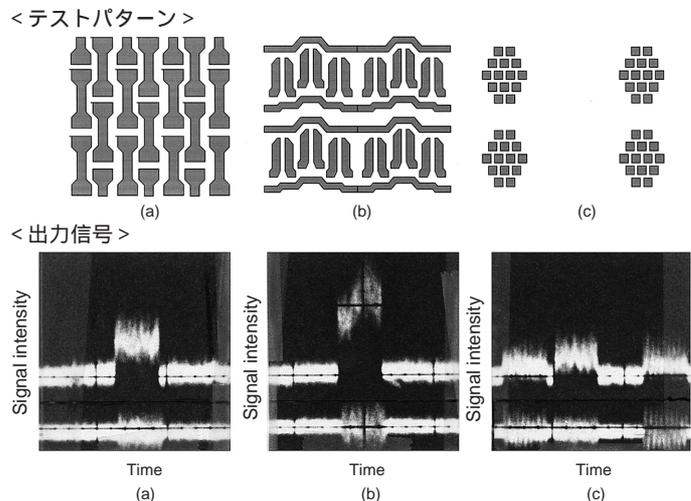
0.35 μm の異物を検出
 レーザ散乱方式と Ar レーザの採用により最小 0.35 μm の異物が検出可能。
 高い安定性
 一定周期でレファレンス測定により光源の変動影響を補償し、長時間にわたり安定した測定が可能。
 高い弁別率
 ローパスフィルタにより異物/パターンの弁別率が大幅に向上し、位相シフトマスク(ハーフトーンマスク)、OPC マスクなども検査可能。

多段ソータ対応
 各種のマスクケースに対応できる構造で、最大 10 段の多段ソータ対応が可能。
 通信機能の充実
 通信系の OS には Microsoft® Windows NT™ を採用し操作性を高めるとともに、ホスト通信では SECS, GEM に対応しています。
 その場観察
 顕微鏡により異物を光学的観察し、異物の性状をその場観察することができる

ローパスフィルタによる弁別原理



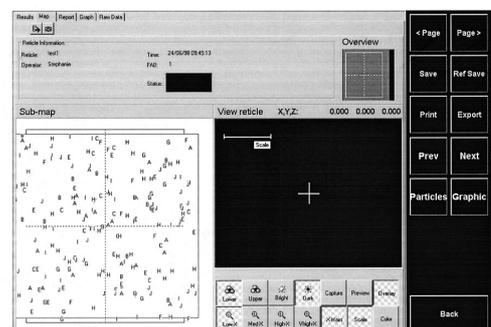
ローパスフィルタの効果



主な仕様

検査対象 : ペリクル付き(不付き)レティクル, マスク
 基板サイズ : 5, 6, 7 インチ(9 インチはオプション),
 厚さ : 2.3 ~ 6.3mm
 検出能力 : パターン面 : 0.35 μm (検出率 90% 以上)
 ガラス面 : 5.0 μm (検出率 90% 以上)
 ペリクル面 : 10.0 μm (検出率 90% 以上)
 検査時間 : 約 13 分(4 面検査にて)
 顕微鏡観察 : パターン面(約 220 倍, 約 440 倍, 約 1100 倍 切替可)
 ガラス面(約 440 倍 固定)
 外形寸法 : 1710mm(W) × 1260mm(D) × 1540mm(H)
 設置面積 : 2710mm(W) × 2195mm(D)

レティクルの4面検査結果



(PR-PD2 (米国市場) 堀場製作所 半導体システム企画開発部)
 (PD-5000 (日本市場) 日立製作所電子デバイス製造システム
 推進本部 装置第 1 部

次世代の大口径シリコンウエハ(300mm)に対応する ウエハフラットネス測定装置 SI-1200

SI-1200は、最大300mm(12インチ)までのシリコンウエハの平坦度を、 $0.006\mu\text{m}$ の高い精度で評価するウエハフラットネス測定装置です。近年、シリコンウエハの高品質化、大口径化が求められていますが、とくに、平坦度の良否は、デバイスの高集積化とあいまって、不良品の発生率を左右する重要なファクタとなっています。SI-1200は、独自の光学技術と画像処理技術を駆使し、測定感度 $0.006\mu\text{m}$ 、繰り返し再現精度 $0.01\mu\text{m}$ を実現しました。また、自在型ハンドリングロボットと高速データ処理により、300mmウエハ1枚当たり約1分と高いスループットを実現しました。

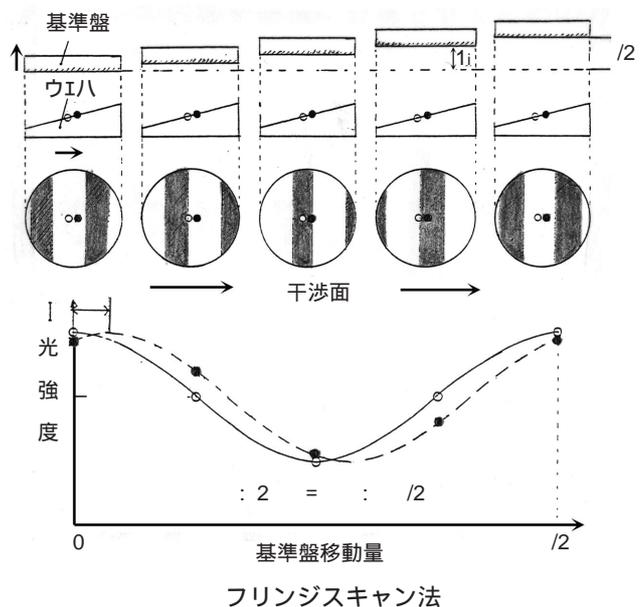
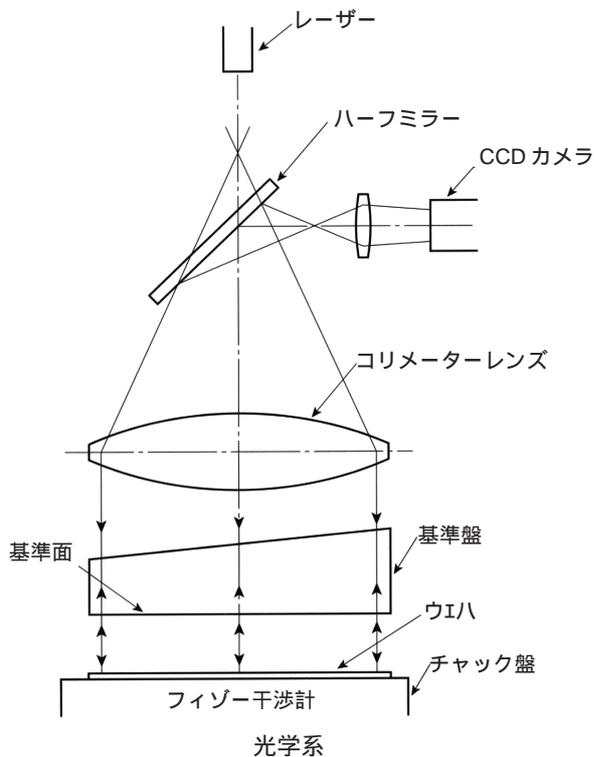


測定原理

SI-1200には二つの干渉光が同じ光路が通過し外乱影響を受けない安定したフィゾー干渉計を用い、フリンジスキャン法によりウエハ全面にわたり明確な干渉縞を測定します。

He-Ne レーザ光をコリメータレンズで拡大・平行化し、基準盤を介してウエハに照射します。このとき、

基準面からの反射光とウエハからの反射光とが干渉し、CCDカメラ上に干渉縞が結像します。干渉縞の間隔はウエハと基準面との距離、即ちウエハの凹凸に比例するため、干渉縞を解析することによりウエハの平坦度を求めることができます。このとき、基準盤を圧電素子(PZT)で振動させ、干渉縞を順次移動させることにより高精度に測定を行います。



特長

高い安定性

心臓部にはフィゾー干渉計を用いているため、振動など外乱影響のない安定な測定が可能。

高い測定感度

フリンジスキャン法により、 $0.006 \mu\text{m}$ の高分解能測定が可能。

高いスループット

ハンドリングロボットによりウエハカセット
ノッチ・アライナ インспекション・ステージ
ウエハカセットの一連の動作を全自動で行い、
1分 / 300mm ウエハの高スループット。
(実測定時間約 10 秒)

豊富な測定データ表示機能

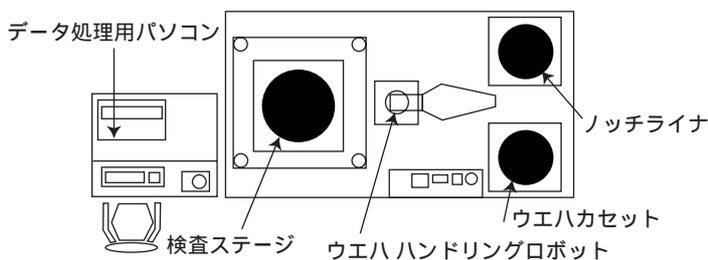
3次元マップ、カラー DGIR マップ、チップ内平坦度測定およびデータ表示

高い拡張性

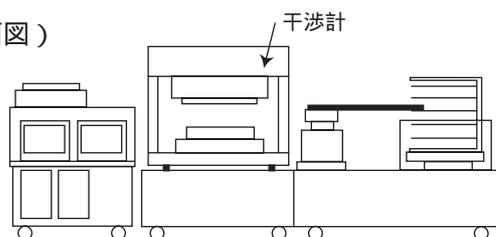
OSにはWindows NTTMを採用し、データ処理機能の拡張や外部機器との接合が容易。

測定システム構成

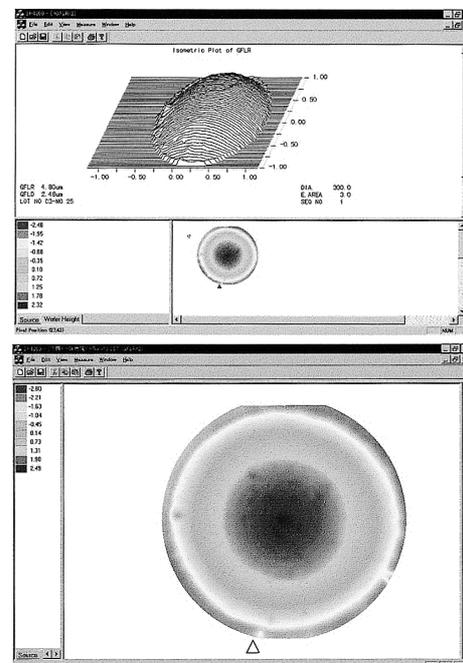
(上面図)



(正面図)



300mm シリコンウエハの3次元表示とレベルマップ



(条件：研磨ウエハ・吸着)

主な仕様

測定対象 : 200/300mm ウエハ

測定感度 : $0.006 \mu\text{m}$ (/100)

再現性 : $0.012 \mu\text{m}$ (/50)

測定点数 : 512×512 (CCD カメラに依存)

測定時間 : 1分 / 300mm ウエハ

外形寸法 :

測定部: 1750mm(W) × 1150mm(D) × 1700mm(H)

データ処理部: 1200mm(W) × 750mm(D) × 1090mm(H)

ユティリティ :

圧搾空気: 0.7 ~ 1.0 Mpa, 50l/min

真空系: 21 Mpa 以下, 100l/min

(半導体システム開発部 大槻久仁夫, 神崎豊樹)

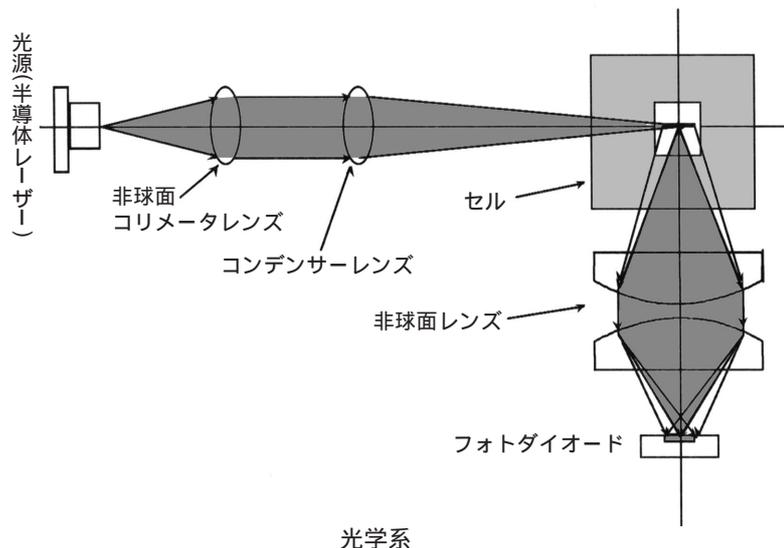
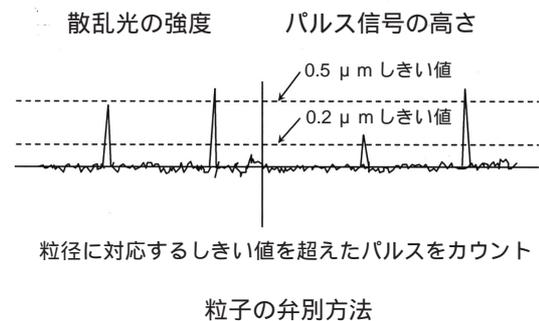
半導体デバイスの生産歩留まりの向上 に大きな威力を発揮する 薬液 / レジスト用インライン・ パーティクルセンサ PLCA-800



PLCA-800は半導体プロセスで用いられる様々な液体中の微粒子を連続的に測定・監視するためのインライン・パーティクルセンサです。PLCA-800は、高出力半導体レーザーの散乱光を測定することにより、液体中の最小0.2 μm までの微粒子を、連続して安定に検知することができます。半導体デバイスは、純水や薬液 / レジストなどの微粒子が存在すると生産歩留まりが極端に低下します。コンパクトなケースにまとめられたPLCA-800をプロセスに直接設置し、微粒子を常時監視することにより、デバイス製造の大幅な歩留まり向上、コストダウンに役立ちます。

測定原理

液体にレーザービームを照射したとき、液体中の微粒子に当たるとレーザー光は散乱されます。この散乱光の強度からは微粒子の大きさが、パルス数からは微粒子数が分かります。PLCA-800では、高輝度の半導体レーザー光を石英製のセルに照射し、90度の側方散乱光を高効率レンズ系で集光し、高感度のPIN-フォトダイオードで検出します。検出された散乱光は、強度に応じて0.2 μm 以上および0.5 μm 以上の2段階に弁別し、粒子数を計数し、表示します。



特長

コンパクトな設計
センサ部は約 100mm 角と非常にコンパクトな設計で、半導体製造装置への組み込みが容易。

0.2 μm と 0.5 μm の 2 チャンネル
パーティクル検出は 0.2 μm 以上と 0.5 μm 以上との 2 チャンネルを持っており、プロセス内容に応じた適確な微粒子管理が可能。

複数のセンサを 1 台のユーティリティ・モジュールでコントロール
1 台のユーティリティ・モジュール(PLCA-850UD, PLCA-850UA)で最大 10 台のセンサ・モジュールをコントロールできるため、例えば、洗浄機 1 式に複数個のセンサを取付けてプロセスの制御精度を高めるような場合には、より安いコストで制御システムの構築が可能。

豊富なオプション
測定結果は、デジタルおよび、アナログ信号として出力することが可能。さらに、PC 専用ソフト PLCA-880 により、警報信号出力、各センサの微粒子カウント数の逐次表示、カウント数のトレンドグラフなどの表示機能を持っている。

モジュールの構成と設置例

PLCA-800 は、微粒子の検出を行うセンサ・モジュール(PLCA-800)、電源・RS コンバータ・出力機能を含むユーティリティ・モジュール(PLCA-850)、各センサ・

主な仕様

対象試料：ふっ酸を除く各種薬液 / レジスト、超純水中の微粒子

測定セル：石英

測定感度：0.2 μm 以上

しきい値設定：0.2 μm 以上および 0.5 μm 以上の 2 チャンネル

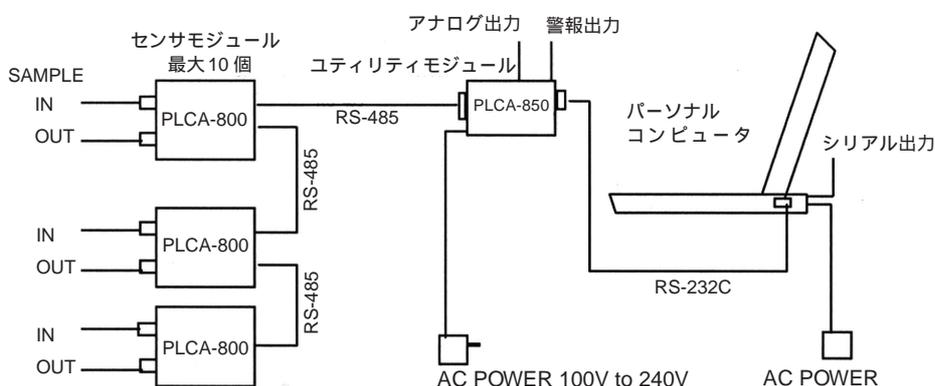
粒子最大個数：20,000 個 / ml

サンプル流量：20ml / min

サンプル圧力：0.2MPa

センサモジュール部外形寸法：105(W) × 89(D) × 88(H)

モジュールの測定結果をリアルタイムに処理する PC 専用ソフト(PLCA-880：オプション)とから構成されます。



測定システムの構成例

(半導体システム開発部 湯原義公)

安定した洗浄効率の確保とランニングコスト削減に威力を発揮する

高精度薬液濃度モニタ CS-340 シリーズ

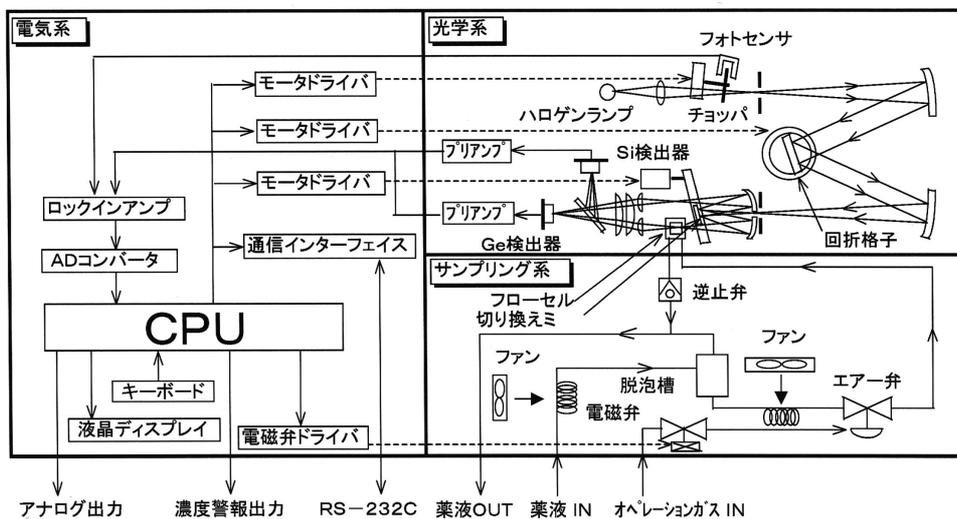


CS-340 シリーズは、半導体製造プロセスで幅広く使われている各種洗浄薬液の濃度を、高精度・リアルタイムに計測します。本機器をインラインモニタとして導入することにより、安定した洗浄効率の確保と薬液の無駄な交換をなくし、洗浄プロセスのランニングコスト削減に大きく貢献します。測定対象は、SC-1、SC-2、SPM、HF系など超LSIの品質や歩留まり向上に欠かせない各種の洗浄薬液に対応しています。

測定原理

各薬液がそれぞれ固有の波長の光を吸収する性質を利用して、36波長の多数の吸収スペクトルデータから、混合薬液個々の濃度を計測します。ハロゲンランプ光源を出射した光を、分光器で広い波長範囲にわたり分光した後、試料測定部に導入します。測定部に入射した光は、サンプル側とレファレンス側とに一定周期で切り替えられ、それぞれの透過量を半導体検出器で検出します。これにより、

常に安定した吸収スペクトルが得られます。得られた吸収スペクトルの多変量データから対象薬液成分を分析し、薬液の濃度を算出します。このように広い波長範囲の分光技術と、当社独自の温度補償型多変量解析を駆使することにより、従来困難であった HF-HCl-H₂O₂-H₂O の4成分の濃度計測も可能になりました。



装置の全体構成

特長

高い測定精度

広い波長範囲のスペクトル測定と独自の温度補償型多変量解析により、温度影響を受けずに高精度な測定が可能。

高い安定性

一定周期でレファレンス側を測定することにより、光源など光学系の変動を受けずに長期間にわたり安定した測定が可能。

各種薬液に対応

薬液の種類や性状に合わせて石英セルまたはサファイアセルを選択することができ、SC-1, SC-2, SPM, HF系など多様な薬液の測定が可能。

脱泡槽による気泡対策

独自に開発した脱泡槽により、 H_2O_2 系の薬液から発生する気泡を取り除くことができ、高い再現性と安定な指示が得られる。

低濃度対応

サンプル温度をコントロールすることにより、低濃度の薬液の安定した監視が可能。

分離設計で優れた安全性を実現

分析部と電源部を分離しているため、漏電・感電の危険のない安全な測定・監視が可能。

主な仕様

測定対象

CS-340：硫酸 - 過酸化水素水溶液
 CS-342：塩酸 - 過酸化水素水溶液
 CS-343：フッ酸 - 過酸化水素水溶液
 CS-349：フッ酸 - 塩酸 - 過酸化水素水溶液

測定範囲

CS-340：硫酸(50.0 ~ 90.0wt%)
 過酸化水素(0.00 ~ 9.99wt%)
 水(10.0 ~ 50.0wt%)
 CS-342：塩酸(0.00 ~ 9.99wt%)
 過酸化水素(0.00 ~ 9.99wt%)
 水(0.00 ~ 00.0wt%)

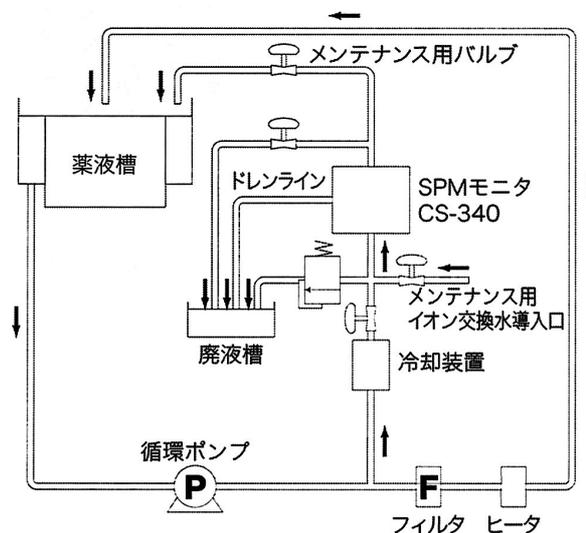
再現性

CS-340：硫酸(± 1.0wt%)
 過酸化水素(± 1.0wt%)
 水(± 2.0wt%)
 CS-342：塩酸(± 0.3wt%)
 過酸化水素(± 0.3wt%)
 水(± 2.0wt%) 等

サンプル液条件

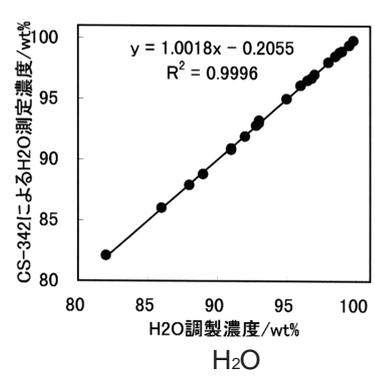
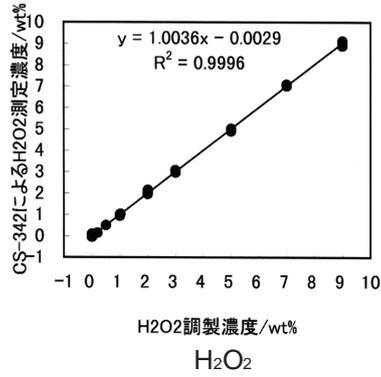
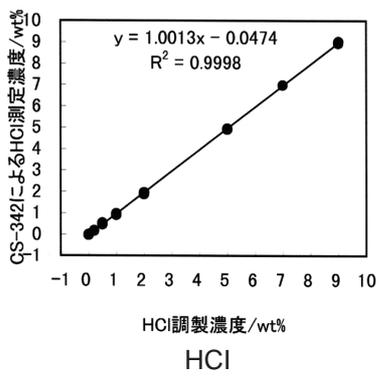
温度：20 ~ 80 (SPMは20 ~ 60)
 圧力：0.05 ~ 0.15 MPa

設置例



(半導体システム開発部 矢田隆章)

SC-2 の目盛精度



(半導体システム開発部 矢田高章)



Short Notes
一口メモ

ケモメトリックスの奥深さ

半導体の洗浄工程に使われる薬液濃度モニタを開発していた時のことである。当初、主成分分析なる意味がよく分からなかった。これを用いれば定性分析どころか定量分析ができると物の本には書かれてはいるが、何故そうなるのかが飲み込めずに弱った。

次に出てきたのが、水溶液の温度依存性であった。試料中の溶存化学物質の、濃度の差による分光吸光度の変化よりも、液温の差による変化の方が大きいという事態である。その上、SC-1と呼ばれる洗浄用の薬液は、80℃以上で使われるのであるから、なおさら測定は困難であった。

前者は、新たに作った行列計算のプログラムが正常に動きだし、校正データが溜ってくると段々正確な結果が得られて、統計的な処理であることが実感されてきたし、思っていた以上にこれは使えることが分ってきた。実際は、そこからが大変で、どうしたら最適化できるか、試行錯誤の連続であったけれど。

後者は、「何が主成分か」という疑問と格闘していた時、ふと、温度も濃度と同じ未知量ではないかと気付いた途端に道が開けた。第一、「度」なる文字だって同じだ。これ等の主成分に対応する性質のことを、ケモメトリックスの「特性項目」と呼んで、この分析の目的でもあった。

もっとも、液温自体を知る必要はないのだが、従来はごちゃまぜにした測定結果が出てしまい、全てを温度の影響としていた。ところが、わざと温度を変えた校正データを加えることにより、温度と温度に影響されない薬液濃度とが別個に出てくるようになった。そのため、液温により透過スペクトルがどう変わるかという、いわゆる校正作業が必要になったけれど。しかし、情報が与えられねば計算処理だっていい加減になるのは当然だ。温度情報を校正時に入力すれば、温度が補償された濃度のモニタ結果が出力されたのである。以上はやって見て初めて証明された。その裏には、開発者が理解しているか否かが試されていたのだ。今になり、ケモメトリックスの奥深さを再認識している。

(半導体システム開発部 井上 克)

半導体洗浄プロセスにおける IPAの純度管理に最適 IPA比抵抗計 IP-960



最近、半導体プロセスにおける蒸気乾燥工程では、純度の高いIPA(isopropyl alcohol)が主に使われています。このたび、コスでは、水分やイオン性不純物がIPAに混入すると比抵抗が低下する現象を利用して、IPAの純度を監視するIPA比抵抗計“IP - 960”を製品化しました。本器は、増幅器を内蔵させた交流2極法の検出器を使い、IPAの比抵抗を正確かつ安定に測定することができます。蒸気乾燥装置やIPAリサイクル・システムに直結し、IPA純度の連続モニタとして今後の活躍が期待されています。

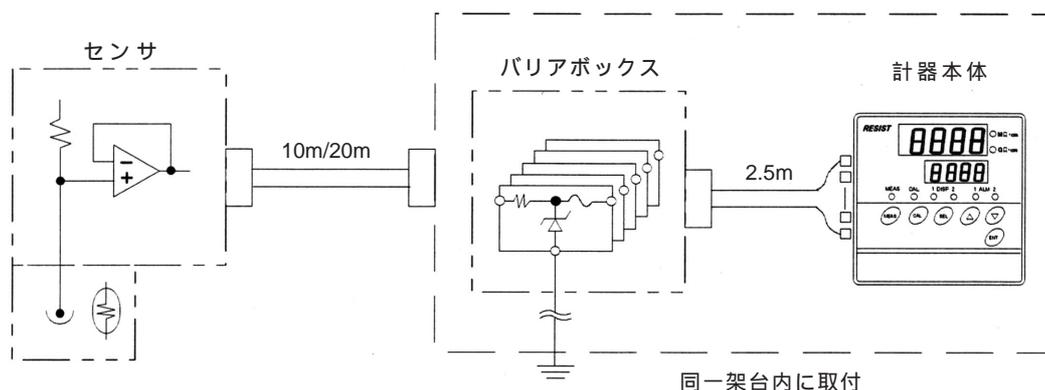
設計ポイント

センサ内にプリアンプを内蔵しセンサ部出力を低インピーダンス化

センサ部がインピーダンスが超純水より2桁も高いために生ずる問題点（交流測定及びノイズ対策が困難，ツェナーバリアの漏れ電流）を解消し，従来の比抵抗計と同じセル定数（0.01）が使用可能で，ケーブル浮遊容量による影響を低減しました。

安全設計・CEマーキングへの対応

市販の認定済みツェナーバリア（英国）を使用し，異常時には電圧・電流を制限し，可燃性IPAに対する安全性を確保します。ツェナーバリアは別ユニットとし計器本体取付架台内の一部に取り付けます。



特長

分極影響を受けにくい交流測定法を採用

センサ - 本体間にバリアボックスを設けた安全設計

EMC 指令に適合(89/336/EEC)

0 ~ 10G Ω・cm の広い測定範囲

IPA の温度を実測し 25 ℃ での比抵抗に自動換算

表示はリニア / 対数の切替可能

プロセスの状態に応じ測定値の移動平均回数を任意に設定可能

計器本体は 96^h × 96^w × 145^dmm と小型

センサ接液部には高耐食性材料を採用
(純水用比抵抗計として多くの実績)

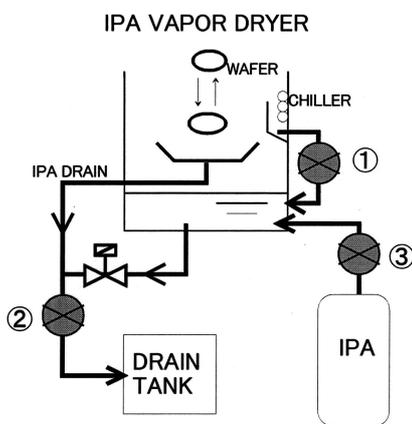
設置例

IPA 蒸気乾燥装置への設置例

凝縮ラインモニタ：Vapor zone の純度監視

受け皿ラインモニタ：廃液ラインの純度監視

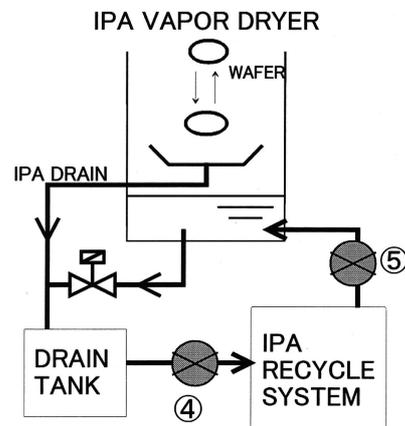
供給ラインモニタ：原液供給ラインの純度監視



IPA 再生装置への設置例

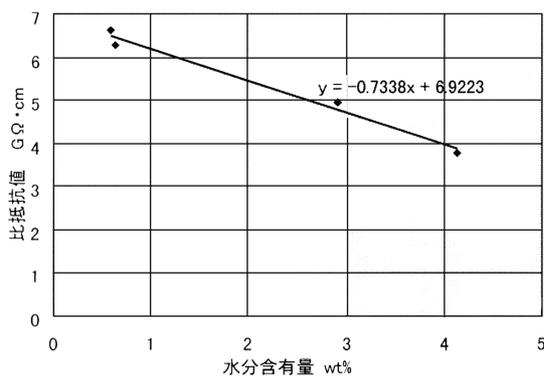
再生前モニタ：リサイクル前の純度監視

再生後モニタ：リサイクル後の純度監視



基本特性

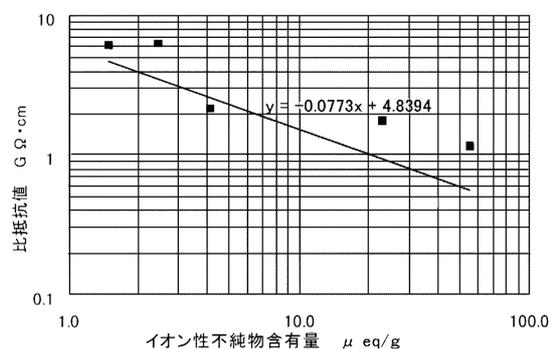
水分含有量と比抵抗値の関係



(25 ℃, イオン性不純物含有量 10 μ eq/g Na, Cr, Fe, Ni 未満)

水分含有量, イオン性不純物含有量はカールフィッシャー法及び ICP 分光分析法で測定

イオン性不純物含有量と比抵抗値の関係

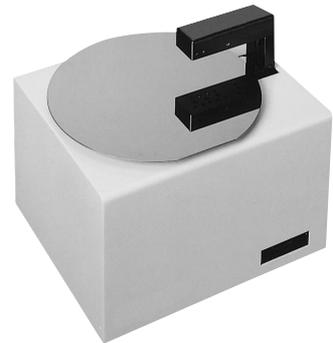


(25 ℃, 水分含有量 1wt% 未満)

(株式会社コス, ホリバグループ 富岡紀一郎, 平尾友絵)

シリコンウエハ加工プロセスの 高い生産性を支援する

オリフラ合わせ機 WA-8 S



WA-8S はシリコンウエハの加工や検査などの工程において、オリフラ・ノッチの位置決め、センタ出しを高速に行う装置です。

ウエハプロセス機器への組み込みを考慮し、コンパクトな形状で、ウエハのロボット搬送に適した設計になっています。また、ウエハの表面およびエッジ部分に対して非接触で位置決めできるため、汚染や損傷の心配がありません。

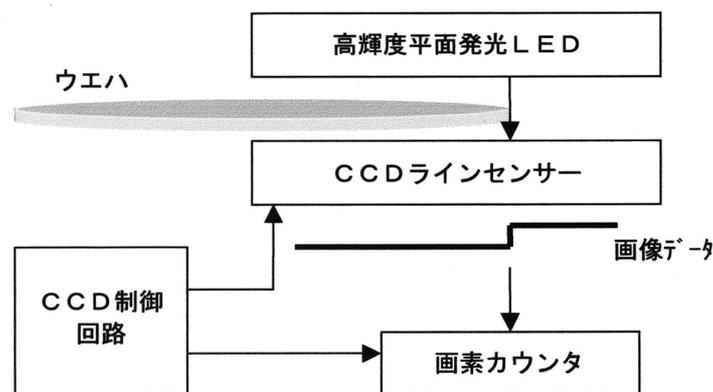
ウエハの平坦度測定の前処理や、レーザーマーキングなどの位置決めに最適です。

動作原理

シリコンウエハはロボット等により WA-8S の吸着ヘッドに搬送されます。

次に、LED 光源と CCD ラインセンサとの間で回転させ、目標となる位置までプッシャー機構によりロータ部を押しします。

画素カウンタは、ウエハにより CCD ラインセンサの影になった画素数をカウントし、LED からの入力光の立ち上がりでカウントを停止します。このカウント値と目標値の差からプッシュ量を計算します。

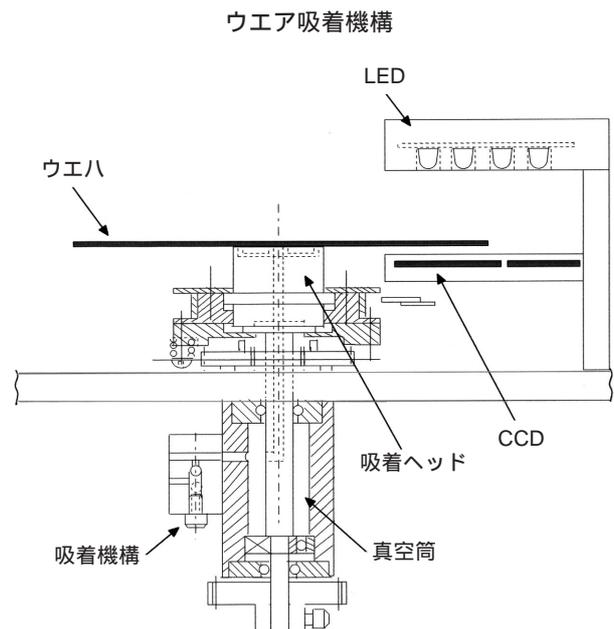
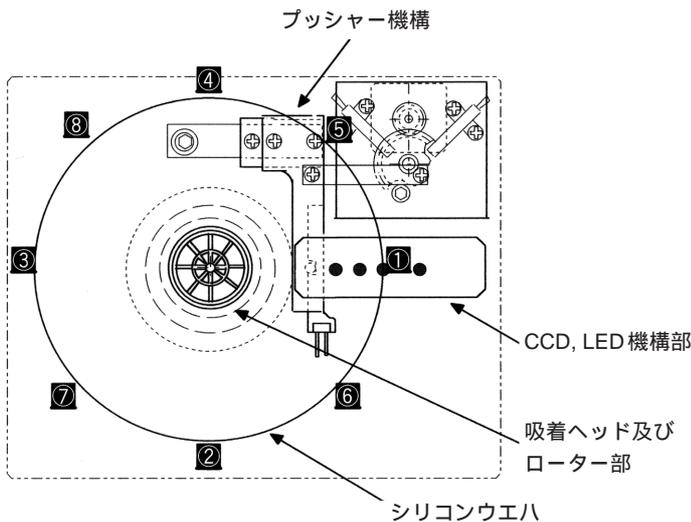


測定原理図 (ブロックダイアグラム)

位置決め機構

ステージでは、下図 からの押す条件によって からの押す位置を選択しウエハの偏芯を取り除きます。

最後に、全周のデータからオリフラまたはノッチの位置を検出し、指定された角度まで回転させます。



特長

コンパクトな設計で機器への組み込みが容易

全てのウエハサイズに、また、ガラスウエハにも対応

CCDラインセンサを採用し0.014mmの分解能を実現

主な仕様

ウエハサイズ：4,5,6,8インチ(外部信号により切り換え)オプションにより2,3,12インチも対応可能

分解能：半径方向0.014mm、角度0.48度

精度：半径方向0.100mm、角度1.00度

ウエハ中心補正範囲：±7mm以下

処理時間：最大4秒、通常3秒、イニシャル動作1秒(8インチウエハの場合)

通信機能：RS232C

外形寸法：238.4mm(W) × 198.4mm(D) × 215mm(H)

真空源：-500mmHg以下

(エス・ジーインストルメンツ株式会社、ホリバグループ 斉藤 武)

ハイテク時代に見直される古代技術 — 半導体結晶の加工を考える —

Ancient Technology considered in High-tech Age - For Semiconductor Crystal Processing -



志村史夫

Fumio SHIMURA, Dr.Sci.

静岡理科大学教授

ノースカロライナ州立大学併任教授

< 略歴 >

- 1948年：東京・駒込生まれ
- 1974年：名古屋工業大学大学院修士課程修了(無機材料工学)
- 1974年：日本電気中央研究所勤務，半導体結晶物性などの研究に従事。
- 1982年：名古屋大学工学博士(応用物理)
- 1983年：モンサント・セントルイス研究所勤務，半導体結晶基礎物性の研究に従事。
- 1987年：ノースカロライナ州立大学勤務，半導体物性，電子材料の研究，半導体結晶評価技術の開発に従事。
- 1993年：静岡理科大学勤務，日本古代史，東洋思想，基礎物理などの研究に従事。現在に至る。

< 主な著書 >

- SEMICONDUCTOR SILICON CRYSTAL TECHNOLOGY(Academic Press)
- 半導体シリコン結晶工学(丸善)
- 材料科学工学概論(丸善)
- ハイテク・ダイヤモンド(講談社ブルーバックス)
- 古代日本の超技術(講談社ブルーバックス)
- ハイテク国家・日本の「知的」選択(講談社)
- 体験的・日米摩擦の文化論(丸善ライブラリー)
- 理科系の英語(丸善ライブラリー)
- 理科系のための英語プレゼンテーションの技術(ジャパンタイムズ)
- 文明と人間(丸善ブックス)

Not a few technologies which were performed in ancient Japan are remarkable indeed even from state-of-the-art engineering point of view. An example would be the one that produced magnificent carpentry, such as Horyuji-Temple built about 1,300 years ago and still exists in beautiful shape. The way of wood lumbering and trimming is surely one of the keys of the carpentry technology.

Turning to microelectronic device manufacturing, it is anticipated that the performance and the yield of higher-grade and higher-integrated microchips will most seriously depend on the state of the surface of base semiconductor crystals. That is, slicing and polishing the wafers would be a key technology in the field.

Considering both the technologies noted above, the author proposes that the "philosophy" found in the ancient carpentry should be applied to the processing of semiconductor crystals for future microelectronic devices.

現代文明の支柱は、いわゆる"ハイテク(高度先端技術)"であり、その一つは紛れもなく、半導体材料を基盤とするエレクトロニクスである。このエレクトロニクスを煎じ詰めれば、指先に乗るほどの大きさの"マイクロチップ"とよばれるものである。現在量産されている64M-DRAMでは、昔風にいえば、真空管6400万本にも相当する機能が、わずか2 cm²ほどの面積の中に"集積"されている。まだ研究所レベルではあるが、4G-DRAMでは、およそ10 cm²の面積の中に真空管40億本にも相当する機能が詰め込まれていることになる。1946年にアメリカで、18000本の真空管を使って作られた世界最初の電子式コンピューター「エニアック」の占有面積が81m²であったことを思うと、この間の「エレクトロニクス」の進歩の度合いは単なる驚き以上のものである。マイクロチップは、あらゆる分野の最先端科学・技術を駆使して作られているのである。そして、このようなマイクロチップが現代のありとあらゆる道具、機械、装置の中で頭腦的な役割を果たしているわけである。これからも、とどまることなく、いっそう多くの機能が"マイクロチップ"の中に詰め込まれていくに違いない。

私は、およそ15年間、結果的には、このようなマイクロチップに結びつく半導体材料に関する研究に従事したのであるが、いろいろ考えるところがあって(拙著『文明と人間』丸善ブックス)、およそ5年前にこの分野の第一線の研究から「引退」した。以来、一つには「ハイテク」の反動もあるうが、日本の古代(主として奈良時代以前)の工匠の「技(わざ)」に大いなる興味を覚え、いろいろと調べている。それらの中には、現代の「ハイテク」に長年従事してきた私を驚愕させ、感動させるものが少なくないのである(拙著『古代日本の超技術』講談社ブルーバックス)。「半導体特集」の本誌に求められた本稿では、それらの中から、古代の「木の加工法」を紹介したい。私はそこに、これからの最先端半導体結晶の加工のあるべき姿を見出すからである。

伐採した木を木材に加工するときに活躍する道具は 鋸^{のこぎり} である。鋸には縦挽きと横挽きのものがある。基本的に、前者は木材を繊維（木目、木理）方向に平行に、後者は垂直に切断するものである。柱や長い板材を得るには、縦挽き鋸が必要である。ところが、縦挽き鋸が日本に出現するのは室町時代になってからのことである。つまり、法隆寺や薬師寺が建てられた " 古代 " には縦挽き鋸はなかったのである。

それでは、どのようにして柱や板材^{のみ}を得たのか。

木材に楔あるいは楔型の割り鑿を打ち込んで、木目に沿って打ち割ったのである（これを「打ち割り法」という）。

打ち割り法で柱や板を製材するとなると、使われる樹種は檜（図1）や杉のように木目がきれいに真っ直ぐに伸びた良材に限られる。また、打ち割り法で製材できるならば、縦挽き鋸で製材するよりもはるかに迅速である。打ち割り法が優れているのは、時間的迅速性のみではない。それより、いっそう本質的な利点がある。

鋸によって木目に関係なく、あるいは木目を切断して製材するのは、たとえ外観は整っていても、木の性質、自然の姿を無視していることになるので、材に狂いが生じやすいのである。つまり、打ち割り法は、木の本来の性質のことを考えるならば、理想的な製材法なのである。

製材された木材のうち、外に見える柱や床板、壁板などの表面には仕上げ加工が必要であり、それに使われる道具が^{かん}鉋である。われわれが普通に目にするのは台鉋あるいは電動鉋である。これらが木の表面を削る原理は同じである。

電動鉋も含め、台鉋は極めて効率よく木材を平滑な面に仕上げることができる便利な道具である。ところが、この台鉋が日本に出現するのも縦挽き鋸と同様、室町時代以降のことである。というより、台鉋は縦挽き鋸と一対になって登場したものである。台鉋の効率を高めるのが " 台 " なのであるが、鉋をかけられる木材の面が鋸で切断したような平らな面でないとい、台鉋の効能を活かせない。打ち割りした木材のような面に台鉋をかけるのは事実上不可能である。

台鉋や電動鉋は確かに便利で効率のよいものであるが、その加工原理は基本的に鋸のそれとまったく同じで、外観は平滑で美しいが、木の性質（木理）を無視し、木の繊維を無理やり切断する道具である。

台鉋がない時代、木材の表面の仕上げに使われた道具が^{ちょうな}手斧と槍鉋である。槍鉋は棒状の柄の先に、やや上に反った柳の葉あるいは槍先のような両刃の刃を取りつけた道具である（図2）。

打ち割りされた材は、まず手斧で粗仕上げされ、その面を仕上げるのが槍鉋である。槍鉋の先の刃に加わる力の大きさには人力の限界がある。槍鉋で堅い木目層を削るのは困難であり、削り取られるのは軟らかい層ということになり、その削り屑は図3に示すようになってくると巻かれたものになる。また、当然のことながら、槍鉋がかけられた仕上げ面は台鉋による仕上げ面のように平坦にはならず、さざ波を打ったような形状になる。

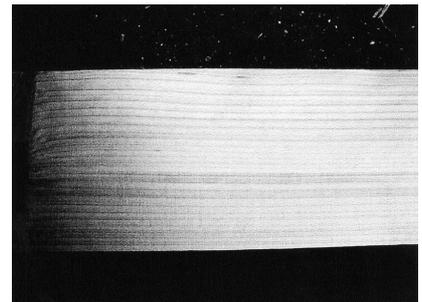


図1 檜の柁目
（農水省森林総合研究所・林知行氏提供）
Edge grain of Hinoki



図2 復元された槍鉋
（竹中大工道具館蔵、著者撮影）
Restored spearhead plane



図3 槍鉋をかけた檜の削り屑
（竹中大工道具館にて著者撮影）
Hinoki shavings with spearhead plane

ここで、いままでに述べた大工道具の歴史と加工木材表面の特徴を表1にまとめておこう。

表1 製材の歴史と加工表面の特徴
Historical features of lumbering and trimming of wood

	室町時代以前	室町時代以後
製材	楔/打ち割り	縦挽き鋸(大鋸)
表面荒仕上げ	手斧	台鉋(電動鉋)
表面最終仕上げ	槍鉋	台鉋(電動鉋)
加工表面の特徴	小波状凹凸 木繊維に従順	平滑・平坦 木繊維を無視

台鉋や電動鉋で削った面は確かに平滑、平坦で、見た目には美しい。しかし、削られた木の表面は木の繊維が切断されているので、木にとってはありがたくないだろう。槍鉋は台鉋に比べれば圧倒的に能率が悪い道具であり、その加工面も凸凹していて平滑な美しさはないが、それは自然(木理)に従順な状態にある。

さて、先述のマイクロチップの基盤となるのが半導体単結晶ウエーハである(SOIとよばれるデバイスには絶縁体基板が使われるが)。ウエーハは円筒状の単結晶インゴット(現在マイクロチップの量産に用いられているシリコン単結晶の最大径は200mmである)を数々のプロセスを経て、表面が鏡面状に研磨された厚さ0.7mmほどの円盤状にしたものである。その加工プロセスは基本的に木材の加工プロセスと同じである。つまり、鋸で切断し、“機械的・化学的鉋”で表面仕上げをするのである。

単結晶は原子が3次元的に規則正しく配列した固体である。図4はシリコン単結晶の模型を不特定の任意の方向から眺めた写真である。もちろん、ウエーハの切断はある特定の結晶方位に行われるのであるが、鋸刃と結晶を構成する原子の大きさを考えれば、実質的な切断は図4の結晶を真上から、つまり、結晶を構成する原子の配列を無視して行われることになる。続いて行われる表面加工も同様である。これはちょうど木理を無視して木を切断、鉋がけすることに相当する。

今後、マイクロチップに対するさまざまな要求がますます厳しくなることを考えると、私は、このような従来の結晶加工法は通用しなくなるのではないかと考えている。原子配列を究極まで“思いやった”表面加工が必要になるだろうと思う。

図4に示す結晶模型を特定の方向、例えば<110>方位から眺めると、図5のようなになる。このような原子配列を見れば容易に想像できることであるが、結晶は図中線ABで示す面、方向に簡単に割れる(このような性質を“へき開”という)。この現象は図1に示す檜などが木理に沿って打ち割りされる現象と本質的にはまったく同じものであり、自然に従

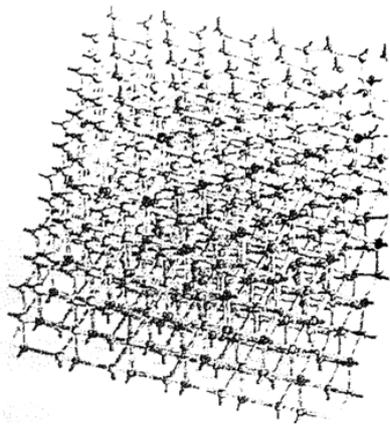


図4 不特定方向から見たシリコンの結晶模型
Silicon crystal model viewed from a non-specific direction

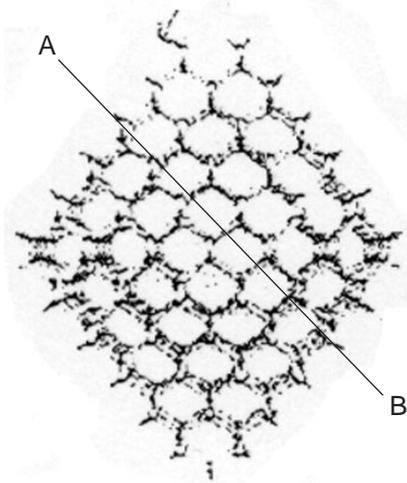


図5 特定の方向から見たシリコンの結晶模型
Silicon crystal model viewed from a specific direction

順な状態である。このあと、この面（へき開面）に沿って、原子をはがすような表面加工ができれば、自然な、無理のない結晶表面を得ることができるのである。つまり、槍鉋がけのような表面仕上げができないものだろうか。

実は、いま、そのような表面仕上げの研究が半導体結晶メーカーや大学で進められている。私は、そのような方法を勝手に"槍鉋法"とよんでいるのであるが、専門的には"延性モード切削"とよばれる。図6に示すのは、その"槍鉋法"で得られたシリコン単結晶の切削片（鉋屑）のSEM写真である。図3に示した檜の鉋屑とを見比べれば、その類似性から、私が"槍鉋法"とよぶ理由の一端が理解できるだろう。従来の方法（"脆性モード切削"という）とくらべ、この"槍鉋法"が優れていることを示すデータも出始めている。

長年、半導体結晶の研究に従事した私は、古代の木材加工における打ち割り、槍鉋の技術、思想が、今後のマイクロエレクトロニクス発展のための大きな鍵の一つになるであろうことを確信しているのである。

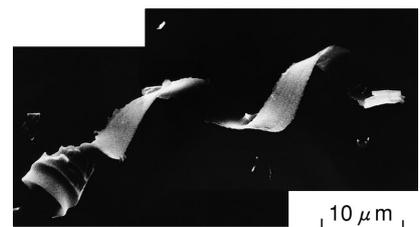


図6 シリコン結晶の"鉋屑"のSEM写真
(北海道大学・柴田隆行氏提供)
SEM photograph of silicon crystal "shaving"

X線分析顕微鏡によるストロマトライトの測定

- 地質学的意義と測定意義 -

Analyses of Stromatolite using X-ray Analytical Microscope

小出良幸* 吉光克弘

(* 神奈川県立 生命の星・地球博物館)

要旨

堀場製作所が開発したX線分析顕微鏡(XGT-2000)を用いてストロマトライト(stromatolite)の分析をおこなった。ストロマトライトの分析結果と地質学的特徴をまとめ、本装置の地球科学、地質学、岩石学への適用の可能性を検討した。

Abstract

We analyzed stromatolite using X-ray Analytical Microscope(HORIBA XGT-2000). We described the analytical results and discussed for the chemical and geological feature of stromatolite. The ability of this machine demonstrated on the geological application.

1. はじめに

ストロマトライト(stromatolite)とは、シアノバクテリア(cyanobacteria)などの光合成にともなう分泌物によって形成された同心円状の形態を持つ堆積岩である(図1)。シアノバクテリアは表層で活動し、時間経過に伴って縞状構造を形成していくと考えられている。ストロマトライトの縞状構造は時の流れを記録しているタイムカプセルと見なせる。X線分析顕微

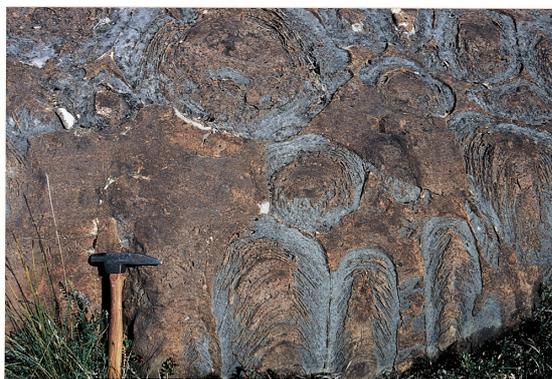


図1 ストロマトライトの産状

Occurrence of stromatolite by Great Slave Lake, Yellowknife, Northeastern Territory, Canada.

カナダ北西準州 Yellowknife, Great Slave 湖畔の産地。上側がストロマトライトの水平断面で、下側が垂直断面である。Upper side of the outcrop is the horizontal section, and the lower side is the vertical section.

鏡(XGT-2000)は、100mm × 100mmの広範囲にわたり、直径10 μ 以下の微少部分ごとに元素分析をし、サンプル中の元素分布を二次元表示できる装置である。そのため、本装置はストロマトライトのような長い時間を記録している試料の分析には適している。本稿では、縞状鉄鉱層(BIF: Banded Iron Formation)の分析を本誌(Readout No.16, 1998)で報告したのに続いて、XGT-2000の地質学的応用の2例目としてストロマトライトの分析をおこなったので報告する。

2. 分析

2.1 試料

試料は、カナダ北西準州 Yellowknife, Great Slave 湖畔から採集したものである。湖畔でストロマトライトは、数十mの層厚を持ち広く分布している。原生代前期の約20億年前に形成されたものである。

分析するために、試料をたて90.7 mm, よこ39.6 mm, 厚さ16.5 mmに整形した。試料は、縞模様が垂直になるように切断した。時間軸が切断面に沿い、時間が最大にとれるためである。分析試料は、ストロマトライトの特徴である同心円状の模様ではなく、材木の正目にあたるような平行な縞模様の断面となっている(図2)。分析する面は、平坦に切断し、研磨剤(コランダム)によって最終的には3000番まで研磨した。分析面は光学顕微鏡で観察するには十分な研



図2 ストロマトライトの試料
Specimen of stromatolite

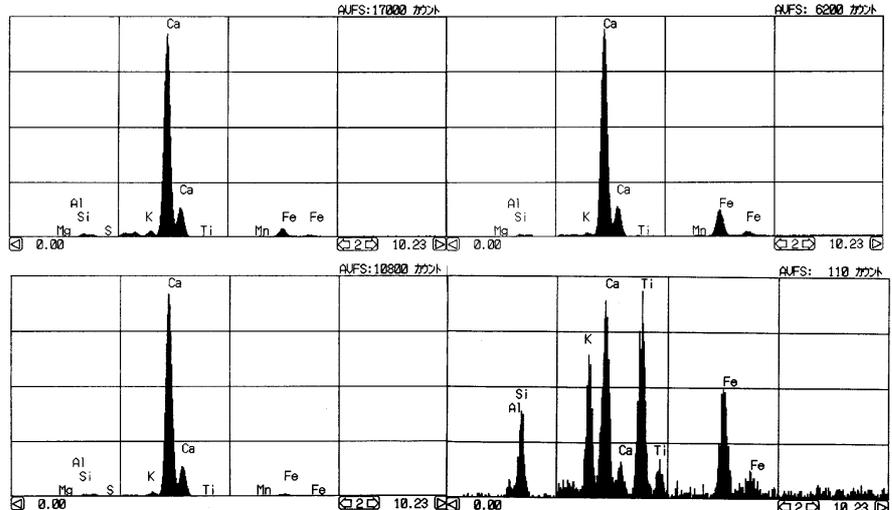


図3 スペクトル分析
Spectral analyses

磨度である。

試料は数 mm 間隔で暗灰色と淡灰色、淡黄色の縞模様が繰り返されている。暗灰色のほうが淡灰色、淡黄色より優勢である。太い黒色の脈が2本と薄い脈が数本認められる。脈はストロマトライトの球状の構造に沿って平行に入ったものである。脈がストロマトライトの構造を切っているところがある。脈は、ストロマトライト形成後、地層として固結する時に貫入したものである。

左上：試料全体

(測定条件; 30kV, 100 μm, 2000sec)

Upper left: Whole specimen

左下：Ca-rich 領域

(30kV, 100 μm, 400sec)

Lower left: Ca-rich area

右上：Fe-rich 領域

(30kV, 100 μm, 400sec)

Upper right: Fe-rich area

右下：K-rich 領域

(30kV, 10 μm, 1000sec)

Lower right: K-rich area

2.2 分析方法

本報告では、同一試料を3回分析した。第1回目は1997年10月20日に35.328 × 35.328 mmの範囲の部分を、第2回目は11月25日に試料全体(94.208 × 94.208 mm)を、第3回目は1997年12月22日に3.072 × 3.072 mmの範囲の分析した。第1回目は、ごく普通に行う分析方法で、光学顕微鏡や電子線微小部分分析装置(EPMA)で使用する薄片サイズの範囲を分析した。第2回目は時間軸を最大にとった分析で、試料全体を100 μmのX線ビーム径でおこなった。第3回目は特徴的な小領域の分析を10 μmのビーム径でおこなった。それぞれの分析条件を表1に示した。

表1 ストロマトライトの測定条件
Analytical condition of stromatolite

	第1回	第2回	第3回
測定日	10月20日	11月25日	12月22日
ビーム径	100 μm	100 μm	10 μm
加速電圧	50 kV	30 kV	30 kV
測定範囲	35.328 × 35.328 mm	94.208 × 94.208 mm	3.072 × 3.072 mm
測定時間	152,000 sec	86,000 sec	154,000 sec
パルス処理時間	P3	P2	P2

2.3 分析結果

ストロマトライトのスペクトル分析の結果を図3に示した。図3には、試料全体と試料における化学的に特徴的のある部分のスペクトル分析を示した。試料全体の元素濃度分布(面分析)の結果を、図4に

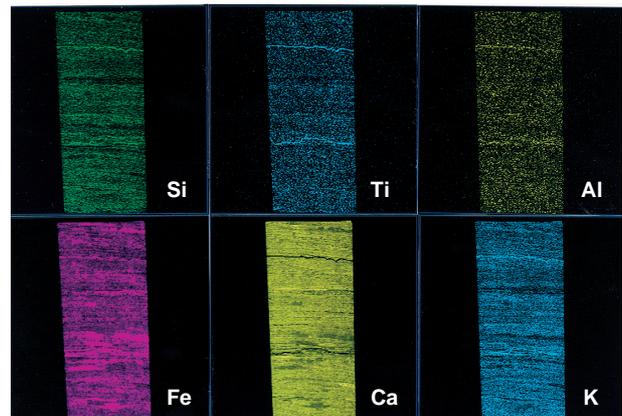


図4 試料全体の元素濃度分布
Composition map of the whole specimen

示した。全体の平均化学組成と各領域の特徴的な化学組成を表2に示した。

ストロマトライトは、CaとFeを主要な成分としている。ストロマトライトは、Caの多い(Ca-rich)領域、Feの多い(Fe-rich)領域、そしてKとTiの多い(K-rich)領域に区別される。

Ca-rich領域は、Caのほかに、Siの含有量が多く、Fe

表2 ストロマトライトの化学組成
Chemical composition of stromatolite

	Whole	Ca-rich	Fe-rich	K-rich
SiO ₂	17.57	10.67	12.75	63.92
TiO ₂	0.35	0.16	0.26	1.96
Al ₂ O ₃	2.59	2.59	0.28	11.24
Fe ₂ O ₃	1.94	0.59	4.39	1.72
MnO	0.09	0.11	0.18	-
MgO	5.61	2.97	23.66	-
CaO	70.27	81.53	57.72	11.15
K ₂ O	1.46	1.12	0.75	10.01
SO ₃	0.12	0.26	-	-

Whole は試料全体の平均化学組成, Ca-rich はCa に富む部分, Fe-rich はFe に富む部分, K-rich はK に富む部分の化学組成である。値はwt% で示した。合計が100wt% になるように再計算してある。

“Whole” means the composition of the whole rocks, “Ca-rich” is that of Ca-rich area, “Fe-rich” is of Fe-rich area, “K-rich” is of K-rich area. Values are normalized to 100wt%.

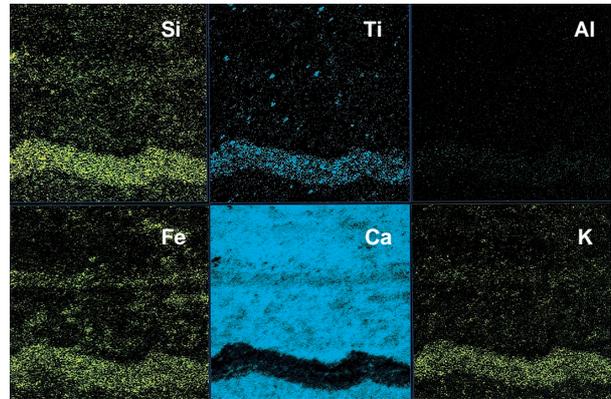


図6 K-rich 領域付近の元素濃度分布
Compositional map around K-rich area

が少ないという特徴がある(図5)。Fe-rich 領域は, Fe のほかに, Mg, Ti, Ca, Si の含有量が多く, Ca が少ない。K-rich 領域は, K のほかに, Ti, Al, Fe の含有量が多い。Ca-rich 領域は肉眼では暗灰色と淡灰色を呈する部分である。暗灰色と淡灰色の部分は, 化学組成の上ではあまり差がなく, 暗灰色の部分のほう

がややCa に富む傾向がある程度である。このような見かけの違いは, 暗灰色の部分では再結晶があまり進んでおらず, 淡灰色の部分は再結晶が進んでいるためと考えられる。Fe-rich 領域は淡黄色で, K-rich 領域は黒色の部分に相当する。化学組成からみれば, Ca-rich 領域とFe-rich 領域が縞模様を形成している。K-rich 領域は, 肉眼では黒い脈に相当し, 本試料内では太い脈が2本と細脈が数本確認できた。

K-rich 領域付近を詳細に見ると(図6), K-rich 領域の部分は明瞭な層を成すが, Ca-rich 領域とFe-rich 領域の縞模様は鮮明でない。そして, Ti とFe に富む粒子が散在していることがわかる。Ti-Fe 粒子は, 脈の中にもたくさん認められる。

3. 議論

3.1 ストロマトライトの化学的特徴

化学組成の特徴や岩石組織の特徴から, 構成鉱物を推定することが可能である。Ca-rich 領域は方解石(calcite; CaCO₃)と石英(quartz; SiO₂)からなり, Fe-rich 領域はFe 酸化物鉱物(hematite; Fe₂O₃)とドロマイト(dolomite; CaMg(CO₃)₂), 石英から

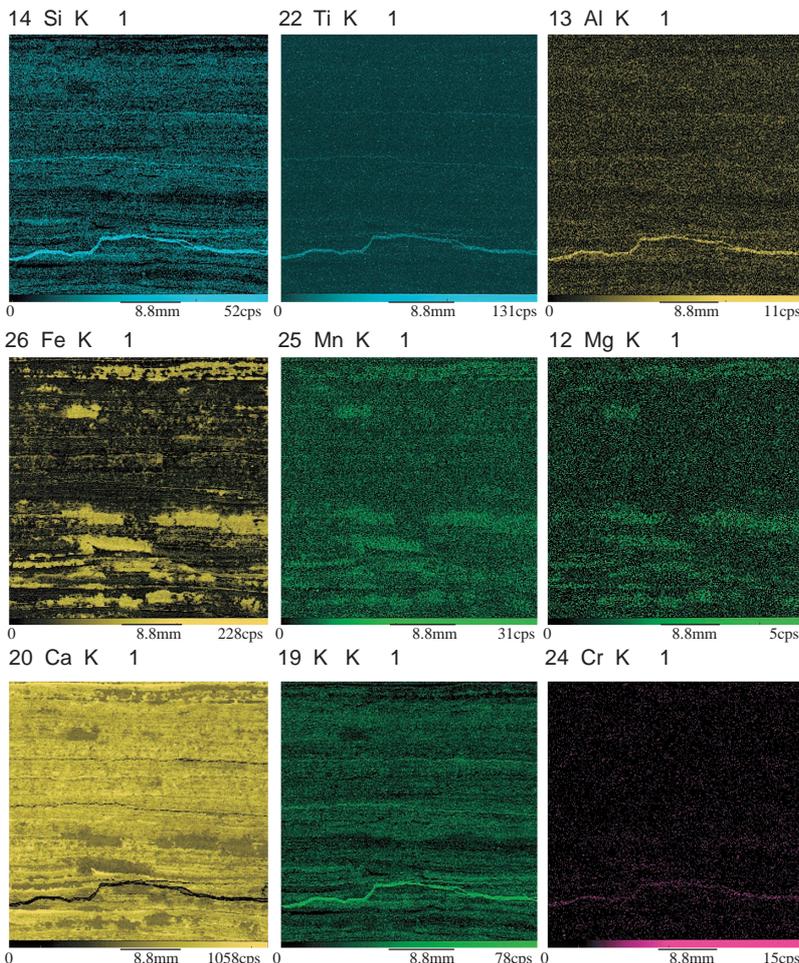


図5 35mm x 35mm 領域の元素濃度分布
Compositional map of 35mm x 35mm area

なり、K-rich領域はカリ長石(K-feldspar; KAlSi_3O_8)と石英、Fe-Ti 酸化物鉱物(ilmenite; FeTiO_3)からなると推定できる。散在するTiとFeに富む粒子は、Fe-Ti 酸化物鉱物(ilmenite)と考えられる。縞状構造はCa-rich領域の方解石とFe-rich領域のFe 酸化物鉱物(hematite)で特徴づけられる。

ストロマトライトを形成する生物は現世でも存在する。現世のストロマトライトは、高塩濃度の海水から淡水まで多様な環境で生成されていることがわかっている(Golubic, 1991)。しかし、カナダのような大規模な産出は知られていない。これは現世のストロマトライトを形成する生物が広いニッチを持っていないことを示している。これは、過去のストロマトライトが大量に産出する点において、大きく異なっている。しかし、その違いの原因はわかっていない。現世のストロマトライトの起源も不明で過去のストロマトライトとの対比も不明瞭である。

過去のストロマトライトが光合成生物であることから、太陽光線の届く浅海で形成されたことは間違いない。Ca-rich領域はシアノバクテリアの生命活動によって形成され、Fe-rich領域はシアノバクテリアの活動の衰えたときに形成されたと考えられる。シアノバクテリアの活動が衰えると、縞状鉄鉱層と同じ起源のFe酸化物鉱物(hematite)と陸源物質がゆっくりと堆積したと考えられる。

以上の化学的特徴から、ストロマトライトの縞模様は、温帯であればCa-rich領域は生物活動の活発な夏季に、Fe-rich領域は生物活動の衰えた冬季に相当するはずである。また形成環境が熱帯のモンスーン帯であれば、生物活動は常に活発なので、Ca-rich領域は陸源物質の供給の少ない乾季に、Fe-rich領域は陸源物質の供給の多い雨季に相当する。どちらのモデルも、1年で一組の縞模様が形成されることになる。ストロマトライトの成因は、日輪や年輪説などのモデルがあったが、本分析によって年輪説が有力になってくる。

モデルの違いは、陸源物質の供給速度あるいは堆積速度に現れることになる。そして20億年前のストロマトライトの生育環境への強い束縛条件となるであろう。正確なモデルは、今後の研究で明らかになるであろう。

3.2 ストロマトライトの地質学的特徴

ストロマトライトを形成するシアノバクテリアは、地質時代には今からは想像できないほど大繁栄をしていた。本試料を採集したカナダのGreat Slave湖畔にはストロマトライトからなる地層が広く分布する。

ストロマトライトの形成は、約25億年前から5億年前に大規模におこなわれ、10億年前ころにピークを迎える(図7)。ストロマトライトは22億年前以降から

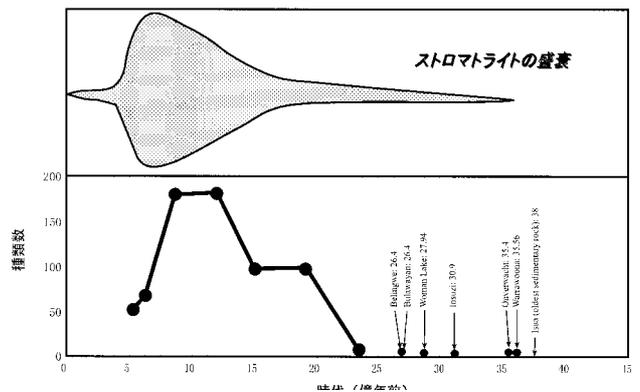


図7 ストロマトライトの産出量の時代変化
Age change of abundance of stromatolite

上の図はストロマトライトの産出頻度を盛衰状況として示し、下は種類数の変化を示した。データはAwramik (1991)とWalter (1983)による。

The Upper diagram regards the frequency of stromatolite as vicissitude of stromatolite, the lower shows the number of species. Date from Awramik(1991) and Walter(1983).

急速に増加し、15億～12億年前に大量に生産され、6億年前頃に急激に衰退する(Awramik, 1991)。

15～12億年前には浅い大陸棚的な環境が広がり、シアノバクテリアが大量発生をしたと考えられている。15～12億年前という時代は、それ以前に存在していた最初の超大陸ローレンシアが分裂し、10億年前の超大陸ロディニアへと変化する時代である。大陸棚の多い時代といえる(丸山, 1994)。6億年前頃には、超大陸ロディニアが形成され、ストロマトライトの生育環境が減り、多細胞生物の出現によってシアノバクテリアの捕食をしたため、急激な衰退が起こったと考えられる(川上, 1997)。

ストロマトライトの繁栄と急激な衰退は、地球環境の変化をもたらしたと考えられる。ストロマトライトはシアノバクテリアの群体によって形成される。シアノバクテリアとは光合成をする生物で、遊離酸素を放出する。25億から5億年前には大量の遊離酸素が形成されたことになる。それまで地球表面は酸素のない還元的な環境であったのが酸化環境に変化する。還元的な環境では嫌気性生物が繁栄していたのが、酸化環境に変化することによって大絶滅が起こる。嫌気性生物にとって酸素は、体を酸化し分解する猛毒となって作用する。

遊離酸素は海水中に溶け込み、海水中のイオンを酸化させる。Feは酸化され沈殿し縞状鉄鉱層となる。

縞状鉄鉱層の形成時期がストロマトライトと同じ20億年前前後で一致するのは上述のシナリオの有力な根拠となる。

ストロマトライトは、地球環境の変化を引き起こした生物の化石で、その環境変化を記録している可能性がある。地球史の重要なイベントが、ストロマトライトには秘められているかもしれない。今後の詳細な研究が待たれる。

4. まとめ

XGT-2000は詳細分析を広範囲にわたっておこなえるという特徴から、本報告で紹介したように、地質学の試料には有効な装置である。ストロマトライトは、地球の歴史の上において、生命の誕生・進化、堆積学、地球の表層の環境において重要な役割をはたした。しかし、その実体は十分に解明されていない。XGT-2000の使用によって、ストロマトライトのような長いタイムスケールを持つ資料から、地球史の新しい側面が解明できるはずである。



小出良幸

Yoshiyuki KOIDE, Dr. Sci.

神奈川県立生命の星・地球博物館

主任研究員

理学博士



吉光克弘

Katsuhiko YOSHIMITSU

株式会社堀場製作所

分析センター テクニカルプラザ

参考文献

- 1) Awramik, S. M., 1991. Archaean and Proterozoic stromatolites. Riding, R. ed., *Calcareous Algae and Stromatolites*. Springer-Verlag, p 289-304.
- 2) Golubic, S., 1991. Modern stromatolites: A review. Riding, R. ed., *Calcareous Algae and Stromatolites*. Springer-Verlag, p 541-561.
- 3) 川上紳一, 1997. 多細胞動物出現の背景を探る. 月刊地球, 19, 312-316.
- 4) 小出良幸・大石誠, 1998. 縞状鉄鉱層(BIF)のXGT-2000による測定 - 地質学的意義と測定意義 -. READOUT, 16, 37-41.
- 5) 丸山茂徳, 1994. 新しい地球像をつくる. 神奈川県立博物館編, *新しい地球史*. 有隣堂, p 127-172.
- 6) Walter, M. R., 1983. Archean stromatolites: Evidence of the Earth's earliest benthos. Schopf, J. W. ed., *Earth's Earliest Biosphere*. Princeton Univ. Press, p 187-213.

ICP 発光分析における基本技術

-- 物理干渉と分光干渉の原因と対応 --

*Basic Technologies in ICP Atomic Emission Spectrometry**– Causes of physical and spectro interference and
the measures required to eliminate them –*

大道寺英弘

要旨

ICP 発光分析装置は多くの分野において広く使われている。ICP で測定しようとする、必ず ICP 発光分析に共通の干渉の問題が付きまとう。ここでは、物理干渉、分光干渉について述べると共にこれらの内容と干渉の除去方法について述べ、より正確な ICP 発光分析を行うための指針を提供する。

Abstract

ICP atomic emission spectrometry have been extensively used in a variety of fields. Any attempt to use ICPs for measurement always involves interference problems common to ICP atomic emission spectrometry. This paper details physical and spectro interference and the methods required to eliminate them, thereby providing guidelines for more accurate ICP atomic emission spectrometry.

1. はじめに

誘導結合プラズマ発光分析(Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry:ICP-AES)は、広い分野で使われている。電子材料、鉄鋼、ポリマー、石油、非鉄金属、セラミックス、セメントの様な材料から生体、食品、水、など性質の異なる多種多様の試料に対し、それぞれの試料に適した前処理を行い、測定条件を設定しなければならない。ここでは、前処理については割愛させていただき、種々の試料の性状に共通し、装置側でできる事を中心にICP発光分析でおこりうる干渉の問題と精度、正確度を高めるための測定技術について述べる。

2. 干渉

ICP発光法では、物理干渉、イオン化干渉、化学干渉、分光干渉の4種類の干渉影響が生じる可能性がある。これ等の干渉は必ずおこるものではないが、試料分解の時に使う酸の種類や濃度、あるいは微量分析をおこなう時の主成分の濃度やその種類を考えの中に入れて分析法を組み立てなければならない。これを忘れると、起こらなくても良い干渉もおこり大きな誤差をまねくことになる。

図1にICP分析装置システムと、そこでおこる可能

性のある干渉を示した。プラズマ中でおこるイオン化干渉はアルカリ元素間相互でおこるが、他の元素に対しては見られない。また、化学干渉はプラズマ温度が7000～8000Kと高く、その温度下では化学種の再結合はほとんど生じないため、化学干渉を考える必要はない。しかし、最近多くのメーカーで採用し始めているが、プラズマの軸方向の観測を行うようになれば、プラズマの低温部も測定するため、この問題がでてくる可能性がある。

図1にICP装置システムと発生する干渉の種類を示す。

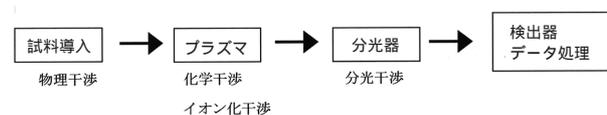


図1 ICP装置システムと発生する干渉の種類
ICP equipment system and the types of interference generated

4つの干渉のうち日常的な測定で問題になるのは物理干渉と分光干渉である。ここでは物理干渉、分光干渉について述べる。

3. 物理干渉

3.1 物理干渉とは

物理干渉とは、物理的因子が原因で発光強度に変動が生じる干渉のことである。

ICP 発光法は水溶液を霧状にしてプラズマへ送って測定するが、霧にする際、ネブライザーの細い管(数 + μm)を通過させ、霧を発生させる。この時に、酸濃度や塩濃度の変化により水溶液の流速や粒子径が変わる。発生した霧粒子の全量がプラズマに入るだけでなく、こまかい粒子のみ(約5%)が入るので、粒子径がプラズマへの導入効率を決める一つの因子となる。

粒子径 d_0 (μm)は、次の式で求められる¹⁻⁴⁾。

$$d_0 = 585/(u-v) \left(\frac{\sigma}{\rho} \right)^{0.5} + 597 \left\{ \frac{\sigma}{\rho} \right\}^{0.5} \left[10^3 Q_l / Q_g \right]^{1.5}$$

ここで u : ガス流速(m/s), v : 溶液の流速(m/s), σ : 溶液の表面張力(dyn/cm), ρ : 溶液密度(g/cm^3), η : 溶液粘度($\text{g}/\text{cm}\cdot\text{s}$), Q_l, Q_g : 溶液及びガス流量(cm^3/min)である。今、ネブライザーガスの流速を一定にすると、粒子径 d_0 は溶液の表面張力, 溶液密度, 溶液粘度, 溶液の流速や流量のパラメータなどに支配される。さらに, 溶液の流速や流量も表面張力, 密度, 粘度の関数である。

図 2 (a)に酸濃度の違いによって生じる Fe 238.20nm の発光強度の変化を示す。

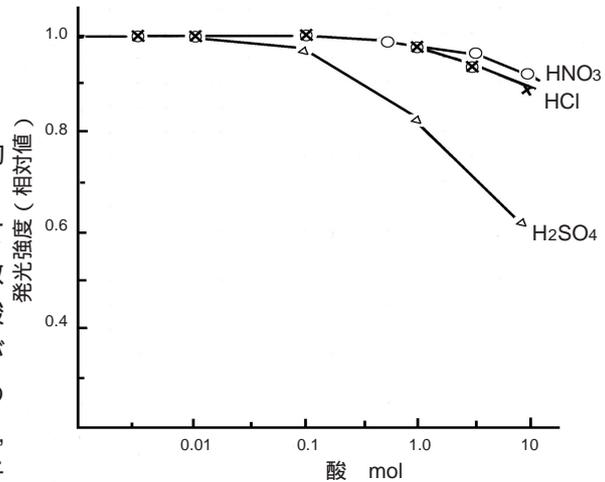
酸の種類や濃度が変わると密度, 粘度, 表面張力が変わり, 溶液の流速, 流量が減少するため試料導入量が減少する。

酸濃度の違いにより粒子径が大きくなりプラズマへ到達する試料量が減少する。

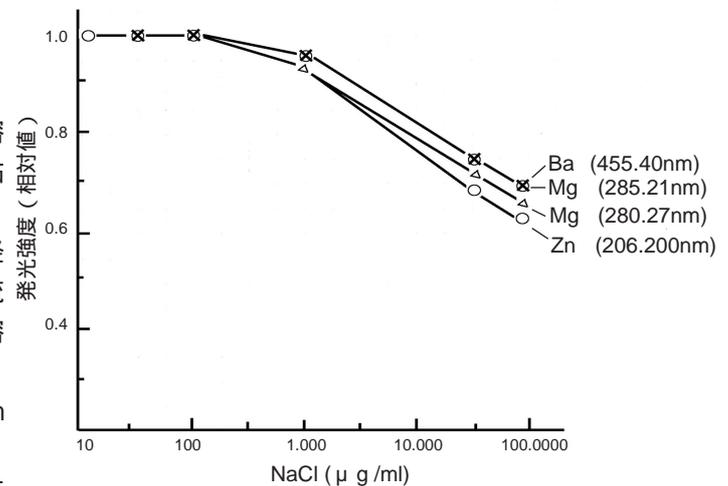
図 2 (b)の NaCl の場合についても同じことが言える。なお, 元素や原子種によってその影響の割合が少し異なるが, これは各元素や原子種のそれぞれの励起エネルギーやイオン化エネルギーの違いに起因している。

3.2 干渉の除去

固体試料を分析しようとする時, 予測できる物理干渉の原因は二つ考えられる。一つは, 試料を溶液化するための薬品によるもの, 二つ目は試料中に含まれる主成分元素によるものである。酸の影響を取り除くためには, 試料を分解できるもので, できる限り干渉の少ない酸の種類を選ぶとともに, 最終的な酸濃度を考えて必要最小限の量(一般的には 0.2 ~ 0.5M の溶液とする)を加える。塩酸, 硝酸では, 質量濃度 0.5M



(a) 酸の干渉 (Fe at 238.204nm)
Interference for acids



(b) 酸と NaCl 干渉
Interference for NaCl

図 2 酸と NaCl の干渉 (JY-388 シーケンシャル装置により測定)
Interference with acid and NaCl
(Measured by use of the JY-388 sequential analyzer)

以下では干渉が見られないので希釈したり, 蒸発させたりして 0.5M 以下にすることが望ましい。しかしながら, 試料によっては, 加水分解がおこるのを防ぐために, 高い酸濃度にしなければならない事もある。また, 試料をアルカリで融解する場合には塩濃度が高くなるため図 2 (b)のように発光強度が低下する。測定元素の濃度が数十 ppm と比較的高い場合には試料を希釈できるので, 溶液中マトリックス濃度もあまり高くない場合が多く, この場合には干渉は無視できる。

しかしながら, ICP 発光分析で測定する場合, 試料中なるべく多くの元素を, 微量からマクロ量までシーケンシャル, あるいは同時に測定することが多く, 主成分による干渉を逃れられないことが多い。

そこで、これらの干渉による影響を考慮して、精度の高い分析をおこなうために次の方法が、単独あるいは組合せて使われる。

(1)ペリスタリックポンプによる試料導入

溶液の自然吸込みの場合、吸込み量の減少、粒子径が大きくなるという二つの因子が測定精度に影響する。ペリスタリックポンプを使って強制的に送ると、粘性、密度が少し位変化しても溶液の送り量をほぼ一定に保つことができるので、酸濃度、塩濃度による干渉の程度を小さくすることができる。

(2)マトリックス・マッチング

酸や塩の干渉を標準溶液の方にもあらかじめ与え、その検量線で試料の分析をおこなう。例えばスズを主成分とする試料では、HCl濃度が薄すぎるとスズが加水分解して沈殿を作るので、HCl 2 ~ 3Mにする。但し、この場合、スズによる干渉、HClによる干渉があるので、標準にも同量のスズとHClを加えた標準試料で作成した検量線で測定すると、より正確度の高い分析ができる。

(3)内標準法

試料中に含まれていない元素の一定濃度を標準溶液と試料溶液に加え、目的元素と内標準元素を同時に測定し、得られた目的元素の強度(Is)を内標準元素の強度(Iin)で割り算することにより干渉を補正できる。これは、酸濃度や塩濃度が高くなって発光強度が低下しても、その低下の割合が目的元素、内標準元素いずれもが同じ程度だからである。

この方法は、未知試料でマトリックス元素がわからない場合、マトリックスがわかっても試料ごとにその組成が一定しない場合、加える試薬に不純物が多くマトリックス・マッチングができない場合など広く使われる。また、内標準法はプラズマのゆらぎなどもキャンセルできるので、測定精度は向上する。表1に鉄合金中のリンの安定度テストのデータを示した。内標準元素はY(10ppm)を使用した。通常、内標準元素にYが多く使われるが、Sr, Ba, Biなども使われることがある。

表1 鉄合金中のリンの安定度テスト結果
The results of stability test for phosphorus in iron alloys

経過時間 (m)	1回目 (ppm)	2回目 (ppm)	3回目 (ppm)
0	1.033	1.035	1.027
10	1.035	1.037	1.025
20	1.035	1.037	1.027
30	1.037	1.035	1.023
40	1.036	1.035	1.026
50	1.034	1.336	1.028
60	1.037	1.034	1.025
平均値 (ppm)	1.035	1.035	1.026
相対標準偏差 (%)	0.13	0.10	0.15

使用波長：178.229nm, 内標準元素：10ppm

表1にISA社のICP発光分析装置JY-138シーケンシャル装置を使って鉄合金中のリンの安定度をテストした結果を示す。

(4)標準添加法

マトリックスによる干渉が大きいが、目的元素の濃度が低くあまり希釈できない場合などに使われる。試料溶液を数点とり、それに一定な割合で標準溶液を加えたものを測定し、その検量線の傾きから目的元素の濃度を求める。ICP発光法は検量線の直線領域が10°と広いので比較的正確度の高い分析値が得られるが、試料一つずつの測定なので時間がかかる。さらに、試料ごとにこの操作を繰り返す必要があるため測定時間が長くなる欠点がある。

(5)その他の方法

マトリックス元素や塩を取り除いて測定すれば、その操作に時間がかかるが、正確度の高い分析が可能である。目的元素をマトリックスから分離する方法として共沈、イオン交換、溶媒抽出が使われる。ここでは、文献のみをあげておく^{5,6)}。

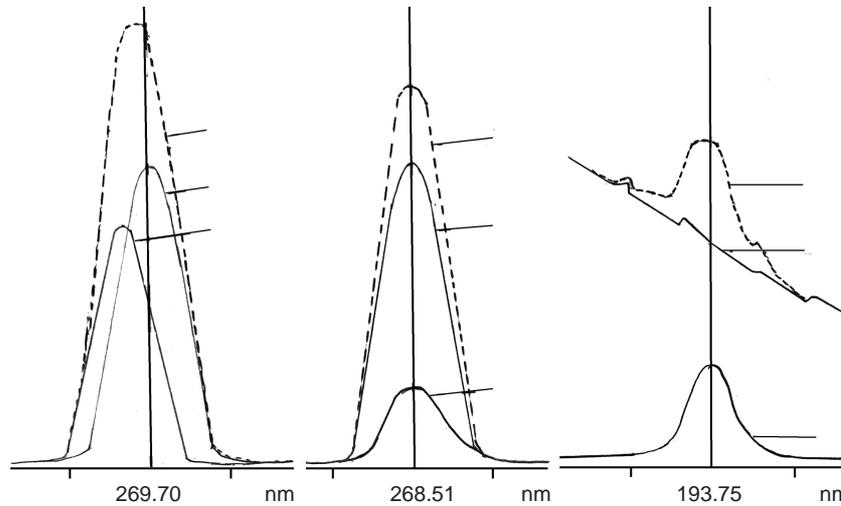
4.分光干渉

4.1 分光干渉とは

目的とする元素のスペクトルを測定しようとするときに、他の成分のスペクトルが重なる現象を言う。ICPで得られる他の成分スペクトルには、試料中に存在する他の元素のスペクトル、あるいはプラズマを形成しているArのスペクトルや水によるOHのバンドスペクトルであったり、大気から入る窒素に起因するNOやNO₂のスペクトルであったりする。また、有機物がICPに入るとC₂やCNのバンドスペクトルがあらわれる。

スペクトル線の数をMITの波長表⁷⁾で調べてみるとFeで6000本、NbやWでそれぞれ4000本、希土類で1元素2000~4000本と多く、その他の元素についても1元素あたり1000本前後存在する。その線数は160~800nmの間に約120000本存在し、そのほとんどが160~450nmの間にひしめいている。そこで当然ながら、測定しようとする目的元素のスペクトル線に近接するスペクトル線が多数存在することになる。試料中の他の元素からでてくるスペクトル線が目的元素のスペクトル線と重なる場合には、干渉となり分析値を真値より高くする。

図3に分光干渉の例を示した。(a)、(b)は鉄鋼中のNb、Taの例で、Feのスペクトル線が



(a) Nb 269.706nm に対する Fe の干渉 (b) Ta 268.517nm に対する Fe の干渉 (c) As 193.759nm に対する Al の干渉
 Interference of Fe at 269.706nm of Nb Interference of Fe 268.517nm of Ta Interference of Al at 193.759nm of As

図3 分光干渉 (JY-138 シーケンシャル装置により測定)

Spectroic interference (Measured by use of the JY-138 sequential analyzer)

共存元素, 目的元素, 共存元素を含んだ目的元素

Coexistent elements, Target elements, Target elements containing coexistent elements

Nb, Ta のスペクトルに重なりを示している。Nb のスペクトルは Fe のスペクトルからわずかに離れた位置に存在するが (a), Ta と Fe のスペクトルは完全に重なり (b) このスペクトルを見ただけでは Fe のスペクトルとはわからないので注意が必要である。(c) は Al の強いスペクトル線が As の短波長側にあり, Al のスペクトルのすそと重なった例である。

4.2 干渉スペクトルの分離と補正

(1) 分析線の選択

分光干渉を避ける最大の方法は、高分解能分光器を使ってスペクトルをできる限り分離することである。それぞれの測定スペクトル線において複雑なマトリックスを持った試料の場合でも、分解能をあげておけば分光干渉のないスペクトル線を選びだすことが可能になる。

図4にJY社の高分解能分光器(分解能0.005nm)で測定したPの213.618nmと0.01nm離れたCuのスペクトル線を示した。0.01nm程度まで近接するスペクトル線をもつ共存元素が存在しても分光干渉を受けないで分析が可能である。このように、正確度が高く、高精度なICP発光分析を行うさいには、波長表を使って感度の良い順に試料のスペクトル線プロファイルを測定し、干渉のないスペクトル線を選ぶことが必要である。

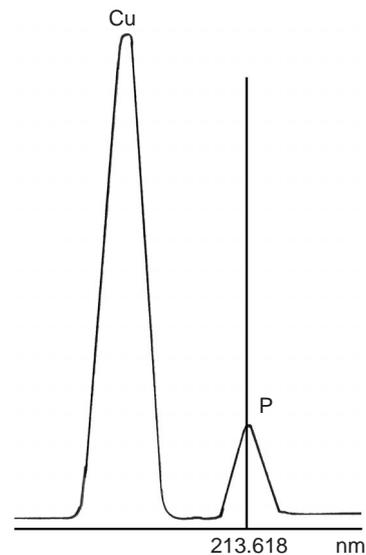


図4 リンの213.618nmに近接する銅の213.608nmの分離 (JY-388 シーケンシャル装置により測定)
 Separation of copper 213,608nm in vicinity of phosphorus 213,618nm (measured by use of the JY-388 sequential analyzer)

(2)バックグラウンド補正

プラズマを蒸成しているArの多価イオンが中性原子にもどる時に放出するスペクトルは、紫外・可視領域に連続したバックグラウンド・スペクトルとなって現れる。試料溶液を入れて得られる各元素の線スペクトルはこの上に乗っている。高濃度のマトリックス塩がプラズマに入ると、このバックグラウンドの強度が変化するため、バックグラウンドの補正をおこなう必要がでてくる。それは通常、目的スペクトルをはずした短波長側あるいは長波長側のいずれかの1点でおこなう。図3(c)の例ではバックグラウンド強度が一定していないが、目的とするスペクトルの中心のバックグラウンド強度を得る必要があるため、中心波長をはさんだ2点で補正するのが一般的である。ただし、どの位置を設定するかで補正が不完全であったり、過補正であったりすることがあるので注意しなければならない。図5に自動バックグラウンド補正の例を示した。この補正は図3(c)の試料について行ったもので、今まで述べてきたような1点または2点のバックグラウンド補正でなく、高次関数による補正であるため実際のバックグラウンドにきわめて近い補正ができる。

(3)干渉の補正

スペクトルの重なりのあるスペクトル線を使って測定しなければならない時にも、干渉の補正を行うことができる。まず、目的とする元素のスペクトル線において一定濃度の干渉元素の強度を測定し干渉元素の検量線を作成しておく。一方次に、通常の方法で試

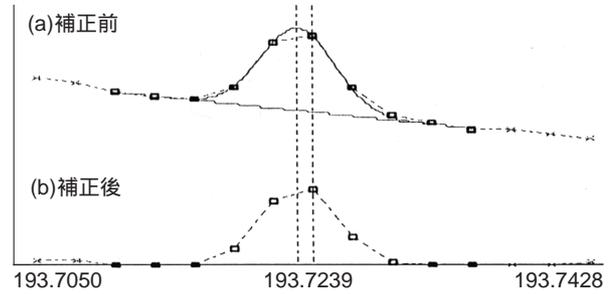


図5 Alマトリックス中のAs 1ppmの分析における自動バックグラウンド補正 (JY-388シーケンシャル装置により測定) Automatic background correction on analysis of 1ppm As in Al matrix (measured by use of the JY-388 sequential analyzer)

料中の干渉元素の濃度を求め、その濃度を先程作成した検量線の式に入れて強度(補正值)をだし、目的とする元素の強度から補正值を差し引いて求める。

(4)干渉元素や塩の分離

スペクトル線の多いNbやW中の微量不純物を測定しようとするとき分光干渉から逃れられず、3.2章(5)に述べたように、目的元素から主成分を分離して測定する必要もでてくる。イオン交換分離法や溶媒抽出法が多く用いられる。特定の元素について言うと、例えば、As, Se, Sb, Snを還元し、試料溶液から水素化物AsH₃, H₂Se, SbH₃, SnH₄として他の塩から分離できるものもある。図6にAs,とSeプロファイルを示した。

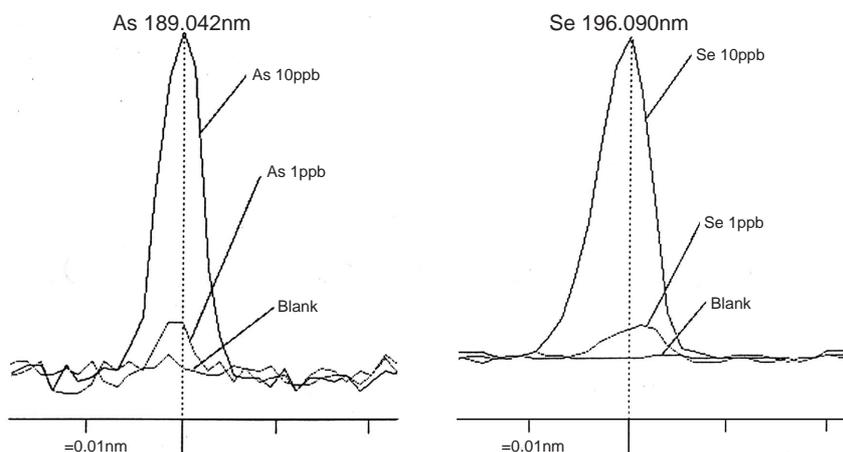


図6 ひ素とセレンの水素化物による分析 Analysis of arsenic and selenium with hydric technic

5 .おわりに

分析するということは、まずはじめに試料があり、それをどのような手法を使って明らかにできるかということである。

定量分析ということだけをとっても単純ではなく、多くの分析技術者は、干渉をおさえながら、どのようにしたら正確と見なされる値を再現よく測定できるかということで頭をなやますのである。測定者は決して試料を選べないのである。たとえ、1点の試料でも試料の顔を見て、その性質を思い描き分析の方法を組み立てる。その楽しさは何とも言えないものがある。分析結果が予想通りになった時のそのうれしさは、分析者でなければ味わえないものがある。本稿が多くの分析技術者に少しでもお役に立てれば望外の幸せである。

文献

- 1) 抜山四郎, 棚沢奏, 日本機械学論文集, 5, 18, 63, 68(1939)
- 2) 久保田正明, プラズマスペクトロスコーピー-2, 1(1982)
- 3) 宮崎 章, 溶液試料の発光分光分析, p68, 学会出版センター
- 4) 原口 紘无, ICP 発光分析, 1989, 講談社
- 5) 赤岩英夫, 抽出分離分析法, 講談社
- 6) 大道寺英弘, ファーネス原子吸光分析, p71 ~ 73, p143, 学会出版センター
- 7) G.EORGE, R.Harrison, Wavelength Tables, John.Wiley and Sons Inc, Newyork



大道寺英弘
Hidehiro DAIDOUJI

国際営業部
シニアマネージャー

Selected Article
一般論文

ハンディ放射温度計 IT-540 シリーズ

Handheld Infrared Thermometer IT-540 Series

野村俊行 早川昇

要旨

このほど開発した低価格のハンディ放射温度計IT-540シリーズについて紹介する。本シリーズにはユーザーが用途に応じて選ぶことができるように、照準機能を持つIT-540SおよびIT-540Nと、照準機能を持たないIT-540Eの合計3つのタイプがある。Sタイプは距離30mmにおける測定エリア 2.5mmの小スポット測定、NおよびEタイプは距離500mmにおける測定エリア 40mmの狭視野測定に対応する。本稿では、これらの製品の原理、構成および特長な機能について解説するとともに、正しく温度測定するためのポイントについても説明する。

Abstract

In order to ensure that the user can select a product to meet his application needs our newly developed, low-priced handheld infrared thermometer IT 540 Series is described. Series comes in three types: IT-540S and IT-540N, both with a sighting function, and IT-540E, without the sighting function. The S Type is designed for use in measurements of a spot as small as 2.5mm at a distance of 30mm, while the N and E types are intended for measurements of an area as narrow as 40mm at a distance of 500mm.

This paper describes the principles, structure and features of these products, together with explanatory information concerning how to conduct correct temperature measurements.

1. はじめに

当社では、約10年前に低温域のハンディ放射温度計IT-330を発売した。当時、放射温度計の価格帯が数十万円であったものを十万円を下回る価格で発売したため、大きな反響を呼んだ。その結果、ゴム、プラスチック、印刷などの多くの分野で使用されるようになり、用途がますます拡大されるとともに、当社においては設置型放射温度計の開発を含め、種々のニーズに応えてきた。最近では製造物責任法(PL法)により、食品の製造時および保管時の温度管理や食品輸送時、受け渡し時の温度検査に使用されているが、特に食品業界における危害分析と重要管理点(HACCP)の導入がこれに拍車をかけている。これに伴い放射温度計に関する専門知識を持たない人でも容易に扱え、また、より廉価なものへの要望が増えてきた。当社ではこれらのニーズに応え、IT-540シリーズ(図1)を製品化した。



図1 ハンディー放射温度計 IT-540N
Handy Infrared Thermometer IT 540

2. 赤外線放射と温度計測

地球上の全ての物体は、その温度と表面の性状に応じた電磁波(可視光線や赤外線などの総称)を放射している。絶対温度 T K(T Kelvin)にある物体の分光放射輝度 W はプランクの放射則で与えられる。

$$W = C_1 \cdot \lambda^{-5} [\exp(C_2 / T) - 1]^{-1} \quad (1)$$

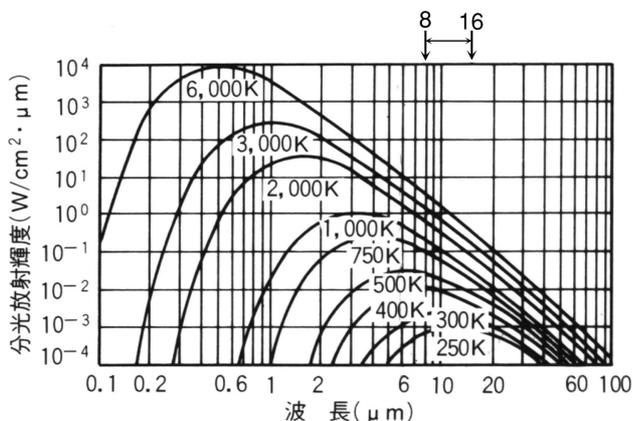


図2 黒体の温度と分光放射輝度
Blackbody temperature and spectral radiance

図2は、常温から6000 Kまでの温度範囲において、黒体から放射される電磁波の分光放射輝度を示したものである。

IT-540シリーズは、物体から放射される電磁波の中でも比較的長い波長(赤外線)だけを選択的に取込んで、500 以下の低温域を測定する。すなわち、多層膜干渉フィルタを用いて波長範囲8 ~ 16 μmの赤外線だけを利用しているため、大気中の水蒸気等の吸収の影響が少なく精度の高い温度計測が可能である。

3 .放射温度計の構成とキーコンポーネンツ

3.1 IT-540の全体構成

ハンディ放射温度計の構成を図3に示す。物体から放射された赤外線はレンズ で赤外線センサ へ集光される。赤外線センサでは、入射した赤外線エネルギー量に応じた電気信号が発生し、この赤外線センサ自身の温度を測る基準温度補償用温度センサの信号とともに、アナログ信号をデジタル信号に変換する回路 を通ってマイクロコンピュータ に入力される。マイクロコンピュータでは、基準温度の補正やセンサ感度の補正および放射率の補正などが施された後、温度に換算され、液晶に表示される。

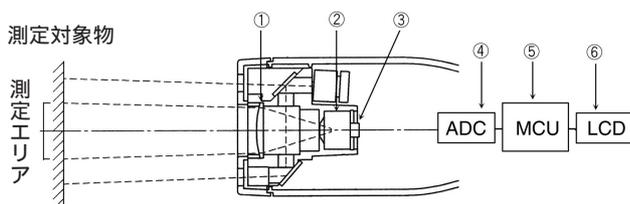


図3 IT-540Nの構成
Structure of IT-540N

3.2 干渉フィルタと光学レンズ

当社では多層膜干渉フィルタや赤外透過窓等を自社で生産している。IT-540シリーズの設計にはこのノウハウを生かし、高品質・低価格の実現を可能にした。波長範囲8 ~ 16 μmの赤外線のみを透過する多層膜干渉フィルタはサーモパイル型赤外線センサの窓に使用している。

ところで、最近ではプラスチックレンズを使用した超低価格の放射温度計がある。しかし、レンズの汚れを拭き取るとき、プラスチックレンズはキズが付きやすく、精度や視野特性の劣化が生じる恐れがある。IT-540シリーズは、光学系に耐久性の高いSi レンズを採用しており、長期間安心して使用することができる。

3.3 サーモパイル型赤外線センサと周囲温度の補正

IT-540シリーズに使用しているサーモパイル型赤外線センサは、複数の熱電対を直列に接続し、熱電対列の温接点側 を受光部としている(図4)。受光部には黒化処理が施され、赤外線を吸収しやすいようにしてある。また、冷接点側 は、熱が逃げやすいようにヒートシンク上に配置されている。

センサの受光部へ赤外線が入射すると、入射した赤外線の量に応じて温接点と冷接点との間に温度差が生じ、熱起電力が発生する。絶対温度を知るためには、熱電対と同様に冷接点側の基準温度による補正が必要である。例えば放射温度計を、気温の異なる場所に持込んで測定を行うと指示温度にドリフト(ずれ)を生じることがある。これは主に、急激な温度変化によってサーモパイル型赤外線センサの冷接点の温度と、基準温度補償用温度センサが検知する温度がずれるためである。そこで当社では、図4のようにセンサケースとヒートシンクとを接触させることによってケースと冷接点との熱伝導を良くし、周

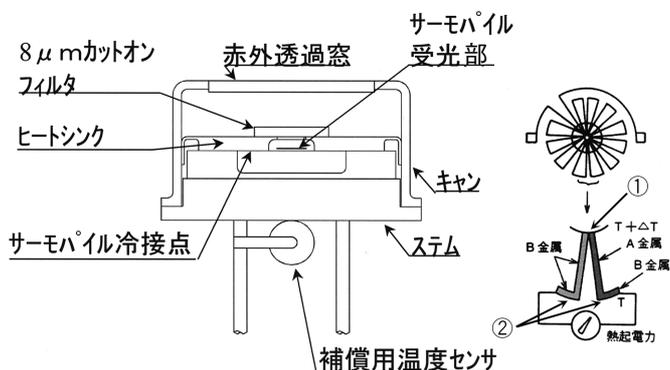


図4 サーモパイル型赤外線センサの構造
Structure of thermopile

周囲温度変化による温度差が生じにくい構造を採用している。このため、急激な周囲温度変化に対しても、高い安定性を実現している。

図5はIT-540と温度補償が適切でないセンサの温度ドリフトの実測例である。

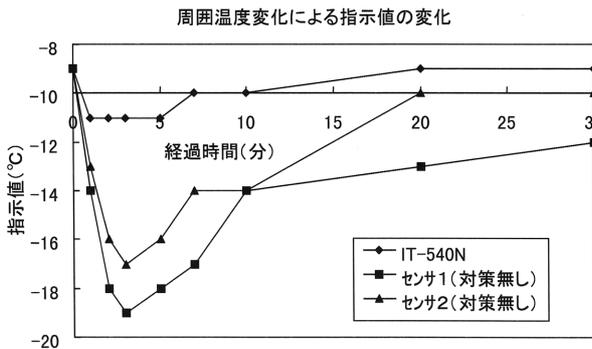


図5 IT-540の温度ドリフト実測例
Example of temperature fluctuation measurements for IT-540

4 . IT-540の特長機能

表1はIT-540シリーズの主な仕様である。以下に、本シリーズの特長について、仕様および機能を追いつながりながら説明する。

表1 IT-540シリーズの仕様
Specifications of IT-540 Series

型 式	Eタイプ	Nタイプ	Sタイプ
検 出 素 子	サーモパイル (TO-5型容器)		
測定温度 範囲	-50~500°C		
測 定 精 度	± (読み取り値の絶対値の1.0%+2) °C以内 (-50~-1°C) ± 2°C以内 (0~200°C) ± (読み取り値の1%) °C以内 (201~500°C)		
応 答 時 間	1.5 s以内 (95%応答)		
標 的 サイズ	φ 4.0mm以下 (距離500mmにて)		φ 2.5mm以下 (距離30mmにて)
放 射 率 設 定	0.10~1.00 (0.01ステップ)		
照 準	マーカ無し	2点レーザーマーカ	LEDスポットマーカ
外 形 寸 法	170L×40W×36Hmm		
重 量	約140g (電池含む)		
機 能	上下限警報 (-55~505°C、1°Cステップ) 最大値/最小値表示、測定値ホールド、バッテリーアラーム オートパワーオフ、°C/°F切替		

(1)測定温度範囲

IT-540シリーズの測定温度範囲は、-50 ~ 500 である。センサの安定性が高いため、冷凍庫内の食品から、熱したフライパンまで広範囲の温度測定が可能である。

面積効果の測定

標的サイズの1.5倍以上の開口をもつ黒体炉または安定した熱源の前に、規定の標的サイズに相当する開口のしぼりとその1.4倍以上の開口径をもつしぼりを設置して、それぞれのしぼりに対する放射温度計の指示値の差を求めることによって行う。

(2)照準機能

この価格帯では他に例を見ない特長機能として、NおよびSタイプの照準機能がある。Nタイプでは測定箇所を示すだけでなく、測定領域がわかるように2ビームレーザーマーカ(図6-a)を搭載してい

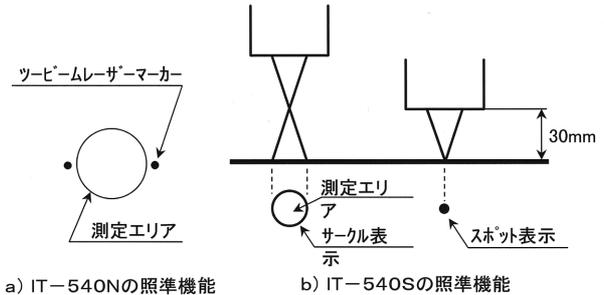


図6 IT-540Nの照準機構
Pinpointing mechanism of IT-540N

る。また、Sタイプのスポットマーカは最小スポットとなる側定位置を示すばかりでなく、測定距離を前後させたときでも測定エリアがわかるようにしたものである(図6-b)。放射温度計では温度を計測するために観測するエリアを、その測定距離における標的サイズとして表している。測定に当たっては、対象物の大きさは標的サイズより大きい必要がある。放射温度計の視野を被測定物が満たしていない状態は「視野欠け」と呼ばれ測定誤差の原因のひとつであるが、測定エリアがわかる照準機能はこの視野欠けを未然に防ぐのに大変有効である。

「視野欠け」とは反対に「面積効果」という現象がある。JIS C 1612 放射温度計性能表示方法通則によると、「測定物体の面積の違いによって、放射温度計の出力が変化すること」と説明されている。両者の関係は図7に示すとおりで、熱源の前のしぼり径が放射温度計の標的サイズより小さい領域が視野欠け、大きい領域が面積効果である。図7はIT-540Nの面積効果の実測例であるが、この図よりIT-540Nの面積効果を計算すると1%未満と非常に小さい値であることがわかる。

(3)その他の便利な機能

その他、耳と目で知らせる上下限アラーム機能、最高・最低温度表示、電池残量表示、オートパワーオフなど便利な機能を搭載している。

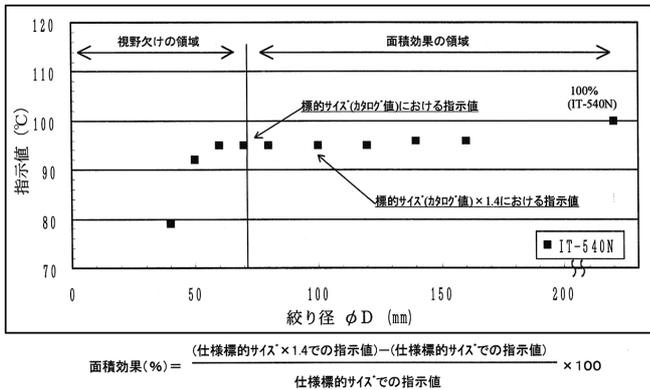


図7 IT-540Nの視野特性
Size of source effect of IT-540N

5. 正確な温度測定を行なうために

5.1 測定領域の設定

放射温度計の測定エリアはカメラで覗いたようにはっきりと区切ることは難しい。そこで、仕様書には、測定視野を「対象物から90%の放射エネルギーを取り込むことができる領域(90%エネルギー・リミット)」として記載している。したがって、実際に測定を行う場合にはこの大きさの1.5～2倍またはそれ以上の大きさを確保できるように測定距離を設定することが望ましい。もし、測定対象物の大きさに余裕がない場合は、測定距離を一定にして、放射率設定値で補正することによって測定を行うことも可能である。

5.2 放射率の設定

物体から放射される放射エネルギーの強度は、物体の温度だけでなく「放射率」と呼ばれる物体固有の係数によって決まる。このため、放射温度計で温度を測定する際には、あらかじめこの値を調べ、放射温度計に放射率補正值を設定しておく必要がある。以下に、黒体スプレーまたは黒体テープを利用して簡単に放射率を求める方法を示す。

被測定物の一部に黒体スプレーを塗った後、被測定物を加熱する。

黒体スプレーの放射率の値を放射率設定値とした放射温度計で、黒体スプレーを塗った部分を測定する。

続けて黒体スプレーを塗っていない部分を測定し、先に測った黒体スプレーを塗った部分の温度と指示値が等しくなるように、放射率設定値を調整する。

調整によって得られた放射率をこの測定物の放射率とする。

黒体テープを貼る場合も、同様の手順で放射率を求めることができる。

なお、放射率を求める際には、測定物の温度が周囲の室温より50程度高くなるように加熱する(安全のため、黒体スプレーまたは、黒体テープの耐熱温度を超えないように注意する)。

6. おわりに

対象物に触れることなく、かつ、接触式温度計では考えられないようなスピードで温度測定ができる放射温度計は、低価格になるにつれて用途が広がっている。一方、正確に温度をはかるためには、測定対象に合わせた放射率の設定や測定視野の確認などが必要である。我々メーカーは、高品質で適正な価格の放射温度計を作る一方で、正しく使用していただくための努力が必要であると考えている。そして、それらの中から、さらに新しい使い方、利用方法を発見し、有効に活用していただくことを常々願っている。今回製品化したIT-540シリーズがそのために大いに役立つことを期待している。

<参考文献>

- 1) 温度計の正しい使い方, (社)日本電気計測器工業会編, (1997)
- 2) 簡易型放射温度計(2), 日本赤外線学会誌, 研究ノート, Vol.6, No.2, 1996
- 3) ハンディ型赤外線放射温度計(IT-340), Readout No.2(1991)



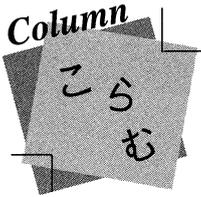
野村俊行
Toshiyuki NOMURA

科学計測開発部
チームリーダー



早川昇
Noboru HAYAKAWA

国際営業部



地球の裏で鏡づくり

あなたは毎日鏡を見ていますか？

美人だなあーとウツトリと眺める人、こんなに... になったかと諦め顔な人などなど、鏡を見る思いはさまざまです。感慨はさておき、鏡はネクタイの曲りや化粧の乗りを確認するためなど、美男美女と信じる人達にはなくてはならないものです。

さて、私は1995年3月から98年までの3年間、JICAの水質汚濁対策の専門家として南米パラグアイへ派遣され、微力ながらも国際協力の一端を担うことができました。

パラグアイの首都アスンシオンから東へ約30Kmのところ琵琶湖の南湖ほどの大きさの湖があります。名前はイパカライ湖。ラテン音楽の好きな方なら、“青い湖イパカライ”と歌われて有名なので名前をご存知かも知れません。海を持たないこの国では特別な思いのある湖です。

出発前に、河川の汚れがひどいと聞いてはいましたが、なるほど汚い。色は黒く、悪臭を放ち、下水道かと思うような状態です。ゴミ捨て場にもなっています。このような水が毎日毎日流れ込んだら小さな湖はたまったものではありません。汚れ切った川や湖ではありますが、海のない国にとっては貴重な水環境資源です。長い夏の休暇を国外で過ごすことのできない一般庶民にとっては、木陰でじっと我慢するか、汚いと思ってもこの水辺で遊ぶしか方法がありません。この湖の流域の水質汚濁対策が緊急の課題です。

環境の改善には、長い時間と多くの費用と人知を集めなければなりません。きれいに見せるためには、口紅は赤？それともピンク？どんな柄のネクタイにしようかな？などなど、まず鏡を見ることから始まります。ところが、環境汚染の現状を知るための鏡が見つかりません。鏡がなければ化粧ができないのと同様に、データがなければ対策も立てられません。まずは鏡作り(データ採取)から始めることになりました。

まず流域を地図で下調べし、現場に出かけて採水場所を決定し、さらに、これらをどのような順序でどのような頻度で巡回するかを決定しました。pHや濁度などの物理的なパラメータは堀場製作所のポータブル水質チェッカ U-10 を使って現場で測定し、CODや窒素、リンなどの化学的パラメータは試料水をラボへ持ち帰って分析しました。パラグアイの技術者達は、ラボ用の分析機器は知っていましたが、現場で直ちに結果が出る U-10 の威力には目を見張りました。

ところが、ある日困ったことが起こりました。出かける前に U-10 をラボで校正してから現場へ持参しましたが、ある所で測定し、その次に別の場所で測かろうとしたところ濁度の指示にエラー表示がでたのです。バッテリーの不良？バッテリーを交換し現場で再校正しても変わりません。校正液と試料水の温度の差？、ひょっとすると日光の影響か？ などなど考え、取扱説明書に従って色々な手を打って見たが納まりません。でも、何かはまだあるような気がし、その日は濁度の現場測定は諦めました。後日、ラボでバケツに水道水を満たし、その中へセンサー部を出したり入れたりしていると、ある深さで指示値が急変することが分かったのです。なんのことはない、校正の際センサーが校正液に十分浸かっていなかったのです。通常、校正は付属のビーカに標準液を一定量入れて行うのですが、この標準液の量が足りなかったようです。一応、ビーカには標準液の量を指示する線が入れているのですが、この線まで入れても液量とセンサーの位置関係が微妙なために生じたトラブルでした。



正確な測定をするためには計測機器の保守点検が大切です。これには、ユーザ自身による日常点検が欠かせませんが、他方、メーカサイドには、現場でのあらゆる使われ方を想定した設計が求められます。文化や国民性が異なる地域で使われるケースの増えている今日、多方面への気配りができて初めてグローバルな製品だと言えるのではないかと思います。

三年間の任期を振り返ったとき、水質汚濁対策にどれだけ踏み込めたかとなると忸怩たるものがありますが、少なくとも現状把握の段階には十分に到達できたと考えています。すべては現状を正しく認識し、把握することから始まります。それを支えるのが正しい計測であり分析です。

美人には磨きあげた鏡が似合うように、美しい環境には、正しく整備された計測機器(鏡)が必要です。

(環境推進センター 大久保義一)

社外技術発表リスト

▶ 口頭発表

1998年1月～6月

標 題	氏 名	発表機関 (場所)	時 期
フーリエ変換赤外分光分析 測定原理と応用例	横山政昭	第46回農林交流センターワークショップ「固体試料分析の基礎」 (農林交流センター)	1998年2月13日
Concentration on Monitor for use in the Water Cleaning Process	Gary ANDERSON ¹⁾ 永井 良典 横山 一成 井上 克	Semiconductor Pure water and Chemicals conference (SANTA CLARA)	1998年3月5日
Scanning chemical microscope observation of Microscope pH Distribution *	富田 勝彦 高松 修司 中西 剛 野村 聡 中尾 基	ビッツコン'98 (MORIAL CONVENTION CENTER)	1998年3月5日
シリコン研磨ダメージの二次元可視化の方法*	中尾 基 高松 修司 中西 剛 野村 聡 富田 勝彦	'98 応用物理学会春季 (東京工科大学)	1998年3月28日
光走査型化学顕微鏡の感度向上*	中尾 基 高松 修司 野村 聡 富田 勝彦	'98 応用物理学会春季 (東京工科大学)	1998年3月30日
Modified particle detection method for Reticle/Mask Particle Detection System	神崎 豊樹 永井 良典	Photomask Japan (神奈川サイエンスパーク)	1998年4月9日
HORIBA プリント基板工場の運営	堀井 良雄	日立製作所 関連会社第24回V E C発表会 (日立製作所本社)	1998年4月15日
X線マイクロアナライザーによるアマランス種子のミネラルの分布	村瀬 潤 小西 洋太郎 ²⁾ 武副 礼子 ²⁾	第52回日本栄養・食料学会 (沖縄コンベンションセンター)	1998年4月18日
尿沈渣のN-SEMによる観察	村瀬 潤 ³⁾ 福田 覚 ³⁾ 松本 健次 ⁴⁾	第54回日本電子顕微鏡学会 (仙台国際センター)	1998年5月14日
ブラシカ科植物の自家及び他家受粉時における細胞内元素の変動	森田洋二 ⁵⁾ 和田 正夫 ⁵⁾ 磯貝 彰 ⁶⁾ 高山 誠司 ⁶⁾ 岩野 恵 ⁶⁾	第54回日本電子顕微鏡学会 (仙台国際センター)	1998年5月14日
鉄鋼業異種生産プロセス間からの排水含有物質の融合処理になる高付加価値物質の創製を想定した擬似物質資料の分析	小谷野 恵太 ⁷⁾ 石井 幹太 ⁷⁾ 井下 博道 ⁷⁾ 加藤 和孝 ⁷⁾ 寺田 太平 ⁸⁾ 篠崎 陽子	第59回 分析化学討論会 (小樽商科大学)	1998年5月24日
紫外線酸化分解法による全窒素・全リン測定装置	福嶋 良助 平田 秀	日本水環境学会 (弘済会館)	1998年6月5日

注 1)TRES-ARK,INC 2)大阪市立大学 3)東京大学 4)日製産業 5)日立計測エンジニアリング 6)奈良先端技術大学院大学 7)明治大学 8)日製サイエンス ※RITEとの共同開発

▶ 文書発表

1998年1月～6月

標 題	氏 名	発 表 書 誌 名
「自動車技術シリーズ7 自動車の計測解析技術」朝倉書店	塚本時弘 (共著)	朝倉書店出版「自動車技術シリーズ7」
大気汚染監視用有害大気汚染物質濃度測定装置	加藤純治	月刊「計測技術」'98年1月増刊号 340. Vol.26.No.2 P76-P78
ガラス電極pH計の基礎	大川浩美	綴白質・核酸・酵素 Vol.43 No.2 (1998) P187-P194
保冷トラック温度管理システム	中西保之	月刊「食器機械装置」 98年3月号 P85-P91
微小領域二次元pH分布可視化のための光走査型化学顕微鏡*	野村 聡 中尾 基 中西 剛 高松 修司 富田 勝彦	日本分析化学会 分析化学 Vol.47.No.6 P369-P373
新実験講座 見直そうpH測定 (2) ガラス電極pH計の実際 (その1) 及び (その2)	大川浩美	綴白質核酸酵素 Vol.43 No.3 P272-P280 Vol.43 No.4 P711-P715
Determination of Oxygen in Organosilicon Polymers and Organic Materials by inert-gas Fusion with a Platinum-Carbon Converter	池田昌彦 岡田 順二 Toshiaki IGARASHI ¹⁾ Mikio ARAMATA ¹⁾	Analytical Sciences June 1998 Vol 14 p.541-p546
食品工場における HACCP と pH, 温度モニタリング	早川 昇	食品と開発 98年6月号 P85-P91

注 1) 信越化学 *RITEとの共同開発

電磁誘導式導電率計

[登録番号] 特許第2589593

[発明者] 松本博夫, 秋山重之

[分野・目的]

本発明は、液体試料に励磁変圧器から電磁誘導による電流を流し、この電流を変圧検出器によって検出して液体試料中の導電率を測定する、いわゆる電磁誘導式導電率計に関する。

従来は、(1)導電率計と液体試料を流すパイプラインなどの途中に検出部を設けて試料溶液を検出部に流す方法、(2)検出器部を液体タンク内に浸透させる方法などが使われていた。

しかし、(1)の場合には溶液を流通させるパイプやプラスチック管体の堅牢性やシール性が不十分であり、また、(2)では構成が大型になり、浸透させるタンク内の液面高さによって全長を加減する必要があった。

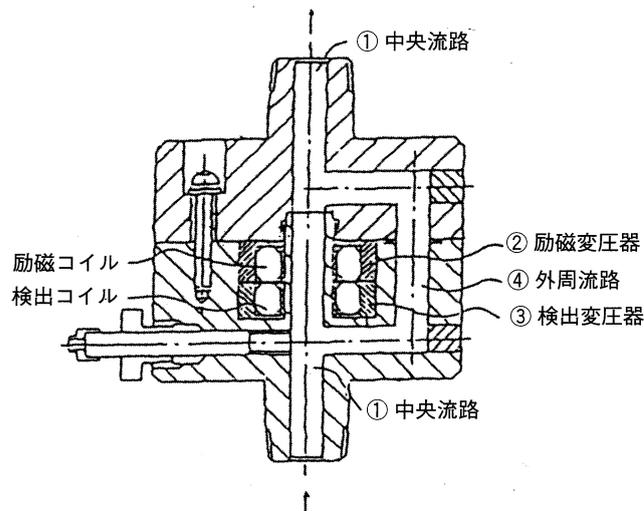
本発明は、電磁誘導式導電率計において、液体試料の温度変化による膨張・収縮、あるいは流路の変換等の影響などにより試料溶液の流量が不安定になる事なく、セル定数を一定に保ち、精度の高い測定を行い、又、液体試料が劇毒物等の場合に不可欠であるシール性、堅牢性を提供することを目的とする。

[概要]

検出器ブロックの中央に設けた流路①の周囲に環状の励磁変圧器②及び検出変圧器③を配置し、さらに、これらの両変圧器の外周にも両変圧器に非接触の状態で流路④を設け、中央流路①と外周流路④を流入側及び流出側において連通させる。これにより、液体試料が腐食性が高い場合でも変圧器が悪影響を及ぼされることもなく、又、液体試料中に有害成分が混入することもない。

[効果]

本発明では上記の構造に加えて検出器ブロックの材料に硬化樹脂を用いることで、セル定数が一定に保たれて高精度の安定した測定が可能となり、液体試料にフッ酸などを用いた場合でも有害成分を試料中に混入させることもなく、また腐食などの影響も受けにくい堅牢性が得られた。また、既設のウェット・ステーションにも極めて容易にくみ込めるとい長所も得られた。



構造断面図

HORIBA World-Wide Network

Japan

Horiba Ltd.

Head Office
2 Miyanohigashi-cho, Kisshoin, Minami-ku, Kyoto 601-8510, Japan
Phone:81(75)313-8121 Fax:81(75)321-8312

STEC Inc.

Head Office
11-5 Hokodate-cho, Kamitoba, Minami-ku, Kyoto 601-8116, Japan
Phone:81(75)693-2300 Fax:81(75)693-2331

COS Co., Ltd.

Head Office
18 Maegawara-cho, Kisshoin, Minami-ku, Kyoto 601-8304, Japan
Phone:81(75)321-7184 Fax:81(75)321-7291

S.G. Instruments Co., Ltd.

Higashikanda Daiji-Bilg., 7-8 1-chome Higashikanda, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0031 Japan
Phone:81(3)3866-0984 Fax:81(3)3866-0908

ATAGO BUSSAN CO., LTD.

Sanyei Building 23-7, 5-Chome Shimbashi, Minato-ku, Tokyo, 105, Japan
Phone:81(3)3432-8741 Fax:81(3)3459-6230

ASEC Inc.*

2 Miyanohigashi-cho, Kisshoin, Minami-ku, Kyoto 601-8510, Japan
Phone:81(75)315-2881 Fax:81(75)321-6621

Chiyada Assy. Inc. *

55-3 Higashinokuti-cho, Kamikatsura, Nishikyo-ku, Kyoto 615-8221, Japan
Phone:81(75)394-5959 Fax:81(75)394-5963

MEC Co. Ltd. *

5-F Sairaize Building 2-5-10, 2-chome Iwamoto-cho, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0032, Japan
Phone:81(3)3866-8090 Fax:81(3)3866-5041

(*:Affiliate Company)

Asia

HORIBA KOREA LTD.

Pucheon Facility
12-1 Todang-Dong, Wonmi-ku, Pucheon, Kyonggi-do, Korea
Phone:(82)32-675-8201 Fax:(82)32-675-8205

HORIBA INSTRUMENTS (SINGAPORE) PTE. Ltd

31 Kaki Bukit Road 3, #06-12 Techlink, Singapore 417818
Phone:(65)-745-8300 Fax:(65)-745-8155

HORIBA LTD. Beijing Representative Office

Room 410, No.33 Chang Fang Street, Xicheng District, Beijing, P.R.O.C 100032
Phone:(86)10-66077630 Fax:(86)10-66077554

STEC KOREA LTD.

151 Yatap-Dong, Bundang-ku, Sungnam-City, Kyungki-Do, Korea
Phone:(82)342-701-8164 Fax:(82)342-701-8166

U.S.A.

HORIBA INSTRUMENTS INCORPORATED.

Irvine Facility
17671 Armstrong Avenue, Irvine, California 92614, U.S.A.
Phone:(1)949-250-4811 Fax:(1)949-250-0924

Ann Arbor Facility

5900 Hines Drive, Ann Arbor, Michigan 48108, U.S.A.
Phone:(1)734-213-6555 Fax:(1)734-213-6525

Silicon Valley Office

1080 E.Duane, Suite A, Sunnyvale, California 94086, U.S.A.
Phone (1)408-730-4772 Fax:(1)408-730-8975

Tempe Facility

2520 South Industrial Park Drive, Tempe, Arizona 85282-1847, U.S.A.
Phone:(1)602-967-2283 Fax:(1)602-967-0281

STEC INSTRUMENTS INC.

Sunnyvale Office

1080 E.Duane Ave, Suite J Sunnyvale, California 94086, U.S.A.
Phone (1)408-730-8795 Fax:(1)408-730-8797

INSTRUMENTS S.A., INC.

3880 Park Avenue, Edison, NJ 08820-3012, U.S.A.
Phone (1)732-494-8660 Fax:(1)732-549-5125

ABX INC.

7390 Lincoln Way, Garden Grove, CA 92841, U.S.A.
Phone (1)888-903-5001 Fax:(1)714-903-5760

Europe

HORIBA EUROPE GmbH

Head Office
Hauptstrasse 108, 65843 Sulzbach, Germany
Phone :(49)6196-67180 Fax:(49)6196-641198

HORIBA FRANCE

Rue L. et A. Lumière Technoparc, F-01630 St-GENIS-POULLY, France
Phone:(33)4 50 42 27 63 Fax:(33)4 50 42 07 74

HORIBA SWEDEN

Herting Carlsvåg 55-57, S-15138 Söertälje, Sweden
Phone:(46)8-550-80701 Fax:(46)8-550-80567

HORIBA (Austria) GmbH

Head Office
Kaplanstrasse 5, A-3430 Tulln, Austria
Phone:(43)2272-65225 Fax:(43)2272-65230

HORIBA Czech

CZ-10 100 PRAHA, Petrohradská 13
Phone:420-27174-6480 Fax:420-27174-7064

HORIBA INSTRUMENTS LTD.

Kyoto Close, Summerhouse Road, Moulton Park, Northampton, NN3 6FL, England
Phone:(44)1604-542500 Fax:(44)1604-542699

ABX S.A.

Head Office
Parc Euromédecine-Rue Du Caducée, 34184 Montpellier Cedex 4, France
Phone:(33)4-67-14-15-16 Fax:(33)4-67-14-15-17

Instruments S.A.

Head Office
16-18 rue du Canal, B.P. 118, 91165 Longjumeau Cedex, France
Phone:(33)1-64-54-13-00 Fax:(33)1-69-09-93-19

Dilor S.A.

244 ter, rue des Bois-Blancs 59000 LILLE, France
Phone:(33)3-20-08-12-20 Fax:(33)3-20-08-12-28

Readout

HORIBA Technical Reports

September 1998 No.17

<Readout 編集委員会>

委員長 石田 耕三
副編集委員長 青海 隆
事務局 伊藤 省二
お問い合わせ先 株式会社 堀場製作所 知的所有権部
Tel:075-313-8121, Fax:075-321-5648

発行日: 1998年9月7日
編集・発行人: 石田 耕三
発行元: 株式会社 堀場製作所
〒601-8510 京都市南区吉祥院宮の東町2番地

HORIBA