

ISSN 0915-9916



Readout

HORIBA Technical Reports

September 2000 ■ No. 21

特集 テクノロジーアライアンス 半導体計測



HORIBA

表紙写真

撮影：松井秀雄氏（仁科会写真部関西支部）

誌名について

誌名“Readout”（リードアウト）には、「当社が創造・育成した製品・技術を広く世にお知らせし、多くの皆様に読み取っていただきたい」という願いが込められています。

特集 テクノロジーアライアンス 半導体計測

巻頭言

Innovation Through Global Technology Alliance — The Dream-Team Culture	3
	Ramdane BENFERHAT

対談

基盤技術, 付加価値, そしてアライアンス — 次なる夢の実現のために	5
	草間三郎/堀場 厚

特集論文

<総説>

ホリバグループの半導体関連製品とその展開	13
	辻 勝也

全自動超薄膜計測システム UT-300	17
---------------------------	----

Part 1 システム構成	18
	永井良典

Part 2 Basic Principles of Ellipsometry and PEM	22
	Nadine BLAYO

Part 3 多層解析の実例	26
	平川誠一, Nataliya Nabatova GABAIN, 和才容子, 飯田 裕

半導体薬液濃度モニタ CS-300シリーズ	31
	矢田隆章

薬液用インラインパーティクルセンサ PLCA-800シリーズ	35
	湯原義公

PFCs 濃度モニタ FT-730G	41
	佐竹 司

自動液晶セル検査装置 LFP-120MH	46
	西條 豊

気液混合型インジェクションを用いた液体材料の気化	50
	西里 洋, 宮本英顕, 佐仲正守

インタビュー

きれいな水環境へ向けて—計測機器メーカーの役割	55
	松井三郎/木村祐子

寄稿

湖沼の水質観測と可搬型水質モニタ	61
	山敷庸亮, 小林剛士

一般論文

ホリバの赤外線技術を応用機器	66
	堤 憲彦

人体センサ付電源リモコン ついちゃうもん	68
	岡本一隆

超小型非接触温度センサ IT-450シリーズ	74
	大須賀直博

薄膜技術を用いた赤外線センサ	79
	富永浩二, 中田嘉昭

知的所有権メモ	83
---------------	----

社外技術発表リスト	84
-----------------	----

HORIBA World-Wide Network	86
---------------------------------	----

Feature Technology Alliance on the Semiconductor Measurement

Foreword

Innovation Through Global Technology Alliance — The Dream-Team Culture 3
 Ramdane BENFERHAT

Discussion

Solid Technology, Extra-value, and Technology Alliance— for achieving future dreams ... 5
 Saburo KUSAMA / Atsushi HORIBA

Feature Article

< Review >

Products for Semiconductor Industry and Alliances of the Horiba Group 13
 Katsuya TSUJI

Full automatic Spectroscopic Ellipsometer UT-300 17

Part 1 System Configuration 18
 Yoshinori NAGAI

Part 2 Basic Principles of Ellipsometry and PEM 22
 Nadine BLAYO

Part 3 Example of the Multilayer Analysis 26
 Seiichi HIRAKAWA, Nataliya Nabatova GABAIN,
 Yoko WASAI, Hiroshi IIDA

High-precision Chemical Concentration Monitor CS-300 Series
 in the Semiconductor Cleaning Process 31
 Takaaki YADA

Inline Particle Sensor for Chemical Solutions PLCA-800 Series 35
 Yoshihito YUHARA

The FT-730G PFCs Concentration Monitor 41
 Tsukasa SATAKE

LCD Defect Inspection System LFP-120MH 46
 Yutaka SAIJO

New Liquid Vaporization System Using the Liquid-Gas Mixing Injector 50
 Hiroshi NISHIZATO, Hideaki MIYAMOTO, Masamori SANAKA

Interview

Toward a Clean Water Environment — Our Role as a Measurement Device Manufacturer 55
 Saburo MATSUI / Yuko KIMURA

Guest Forum

Water Quality Observation of Lakes and Marshes, and Portable Water Quality Monitor 61
 Yosuke YAMASHIKI, Takeshi KOBAYASHI

Selected Article

Horiba's Infrared Technology and its Applications 66
 Norihiko TSUTSUMI

Tsuichaumon — Human-Sensing Power Controller 68
 Kazutaka OKAMOTO

The IT-450 Series Non-Contact Infrared Thermosensor 74
 Naohiro OHSUGA

New Infrared Sensors Using the Thin Film Technology 79
 Koji TOMINAGA, Yoshiaki NAKATA

Patents 83

Technical Report List 84

HORIBA World-Wide Network 86

Innovation Through Global Technology Alliance

The Dream-Team Culture

With the explosive growth of the internet and wireless communications to the surging demand for innovative new consumer electronic products, today hottest trends are driving the semiconductor industry. With semiconductors in use now in virtually every kind electronics product, demand is higher than ever and rising fast.

This current environment of rapid technological innovation forces us to focus on the current technological roadmaps by dedicating the right amount of human resources in terms of manpower and budget. Staying ahead of the technology curve demands extraordinary peripheral vision in terms of understanding the emerging technologies and their relevance for future R&D effort.

To solve the dual constraints time and customer satisfaction, the overall semiconductor divisions members of the Horiba group, which include-Atago-COS-Jobin Yvon and STEC, decided to have a **Global Technology Alliance Program**, based on the **Dream-Team Culture** where engineers never let their hearts rule their heads. We believe that this global expertise in engineering, research, development and marketing enables the Group to rapidly develop new technologies and advanced products in response to emerging industry trends.

Another key component of the Company's strategy is to involve selected high research institution, over the world, through close technical relationships at the operating and management level.

A typical example is the strong collaboration existing between JY-Horiba, with Ecole Polytechnique, the most prestigious research institution in France. This collaboration led to many technological transfer, like Spectroscopic Ellipsometry from UV to IR.

The internship program, started with both Jobin Yvon Thin Film division based in France, the Kyoto Horiba semiconductor division and Atago Bussan .

A successful example of this cooperation including is the UT-300, a metrology measurement system based on Spectroscopic Ellipsometry capable of measuring Ultra Thin Film properties across a 300 mm wafer with a high degree of precision and repeatability. To bring this system to the market in a record time, a network of team worked closely together to meet the dead line, as a Dream Team .

An other good example of this Dream-Team Culture program, is in the Wet-Etch field, where a solution combining the expertise in chemical concentration monitor of the Horiba's semiconductor division with Jobin Yvon endpoint detection system, is offered to our customers.

This two examples, are the first steps of a large program including the development of a common Device-Net communication system, and software platform.

This growing use of the Global HORIBA's group pioneering technologies, in optics & spectroscopy, gas analysis and chemicals, combined with strong relationships with semiconductor industry leaders and prestigious research institutions will lead in a very near future to a novel generation of advanced instrumentation for inspection, measurement metrology, and in-situ process monitoring .

The challenge of managing large development projects and for example improving a particular system component has led to the development of an internal global network, HORNET, which makes exchanging and sharing informations more efficient. This degree of cooperation do not



Ramdane BENFERHAT, Dr.

Managing Director

Thin Film Group

Jobin Yvon S.A. / HORIBA Group

compromises the technical competency of each partner, but let them acting as specialist, which is essential to making the right decision. Outstanding services and solid innovation are a necessity, we recognize that our future prosperity and growth is a direct results of our customers success and satisfaction.

Besides this Global Technology Alliance Program, the HORIBA Group has an extensive global network of sales, service and applications offices to support their aggressive plans for becoming as a Dream Team, the Champion of the competitive semiconductor industry league.

グローバル技術提携によるイノベーション

— ドリームチーム構想 —

インターネットなど情報産業の爆発的な成長の中、半導体産業も急拡大している。技術革新が日々誕生する環境下で求められるのは、人的資源への十分な投資と、新しい技術や周辺技術を理解するための広範な視野だ。

ホリバグループの半導体関連各社(愛宕物産(株),(株)コス, Jobin Yvon S.A., (株)エステック, (株)堀場製作所)は、ドリームチーム構想に基づいてグローバル技術提携戦略を展開している。研究開発からマーケティングまですべての分野で協力を図り、新しいトレンドに対応できる成長力を養うことが目的だ。

この戦略の要となるのは高いレベルの研究所・企業との連携である。堀場本社, JY ホリバ, フランスの Ecole Polytechnique 三者間の密接な関係から 300mm ウエハ対応の超薄膜を高精度で計測する分光エリプソメータ UT-300 が誕生した。また湿式洗浄分野では、堀場の薬液モニタとJYの終点検知システムとの技術提携によって新たな可能性が開けている。

これらの例は、デバイスネット通信システムやソフトウェアプラットフォームなど壮大な開発計画の第一歩にすぎない。今後、ホリバの誇る光学・分析技術は半導体先進企業や研究所との連携をいっそう強め、検査、in-situ プロセスモニタリングの分野で優れた計装技術を生み出してゆくに違いない。

グループ内イントラネット(HORNET)により、グループ間で情報を交換・共有できる環境が整った。徹底したサービスや真の革新、つまり顧客満足こそが成功の鍵となるが、その意味で情報の共有が基盤となる。

ホリバ半導体グループのグローバルネットワークは、この他にも販売、サービス、さらにはアプリケーションの分野で構築されている。これらを活用して、競争が激化する半導体業界に対して、強力にバックアップしていきたい。

(抄訳 編集部)

基盤技術，付加価値，そしてアライアンス

一次なる夢の実現のためにー

Solid Technology, Extra-value, and Technology Alliance

— for achieving future dreams —

今年7月に開催された九州・沖縄サミットにおいて、「情報通信技術(IT)は21世紀を形作る最強の力の一つであり，すべての者にとって大いなる機会を提供する」と，グローバルな情報社会に関する沖縄憲章が謳われました。

“Color Imaging”，“Energy Saving”，“Micro Artist”の三つの顔で，きたるべきIT世紀に向けてグローバルビジネスを展開しておられるセイコーエプソン株式会社の草間三郎副社長と，独創性と技術力でグローバルイノベーションを追求する当社の堀場 厚社長とに，この流動の時代を守るべきものは何か，真の付加価値とは何かを話し合っていました。

時計とpHメータ。ルーツは違っても，それぞれ独自の基盤技術をベースとしたビジネスを展開してきた両者が，次なる夢を実現するために，半導体・情報機器産業と計測機器メーカーとの新たなアライアンスの可能性を探ります。



堀場 厚
株式会社堀場製作所
代表取締役社長

草間 三郎氏
セイコーエプソン
株式会社
代表取締役副社長

(セイコーエプソン株式会社殿本社にて)

In the Kyushu-Okinawa Summit Meeting held in July 2000, the Okinawa Charter on Global Information Society was stated, as “Information and Communication Technology (IT) is one of the most potential forces in shaping the twenty-first century.”

In the dramatically shifting IT waves, we are glad to have a guest interview with Saburo Kusama, the Executive Vice President of Seiko Epson Corporation, and Atsushi Horiba, the President of Horiba, Ltd. For the coming “IT century,” Seiko Epson has been expanding its highly global business activities with three unique perspectives; “Color Imaging,” “Energy Saving,” and “Micro Artist.” On the other hand, Horiba is constantly pursuing a true globalization with two powerful sources of originality and technology.

The topic mainly focuses on two points; their own persistence in the era of ‘flow,’ and the true value-add concept. Having different roots of watches and pH meters, two companies can be still expressed by common spirit based on the individual solid technologies. To make their further dreams come true, they would positively seek the potentiality in the technology alliance between the semiconductor/information business and the analytical business.

堀場 先程、御社の富士見事業所を見学させていただきましたが、「エプソンさんとホリバとはどこか似ているな」というのが第一印象でした。業種はもちろん、御社は海拔1000mの風光明媚な諏訪の地に、当社は1200年の古都京都と、立地環境も大きく異なっているのですが。社風とでも申しましょうか。非常にオープンですね。

草間 そうですね。私は基本的には開けっぴろげにお話します。情報というやつは、聞いた方の感度が悪ければただ通りすぎるだけですからね。隣に座る営業部長なんかはハラハラすることもあるようですが。(笑)

付加価値はどこから得られるの？

堀場 お言葉に甘えて早速伺いますが、半導体産業のファブレスについてはどのようにお考えですか。

草間 設計から製造・販売までの全てをやっているところは競争力がなくなっていますね。ご存知のように、アメリカでは頭脳集団的なファブレスな会社が伸びています。一方、作る方に関しては、台湾のTSMCなどファンドリーカンパニーが驚異的な収益をあげています。韓国がDRAMを、アメリカが設計したCPUを台湾が作りアッセンブルする。つまり、グローバルな分業化が進んでいるわけです。一方、日本はと言えば、全部やるけれども全部に弱い。

堀場 そんな厳しい環境下で、御社の場合は目覚ましい売上の伸びと高い利益を確保されておられる。ポイントは？

草間 まずは付加価値の追求ですね。一般的に、付加価値の高い商品を作らなければいけないと言われますが、いざ半導体の設計担当者に、具体的には何なのかと聞くと、「機能を積み込んだIC、システム・オン・シリコンです」と答える。カッコいいですよねぇ。

でも、それは違うんじゃないの？と返します。当社の携帯電話の液晶パネルのドライブ用ICは、今、世界のシェアの75～80%をとっています。ここまで来ると、価格を含めて市場を完全にリードすることができます。だから、利益が多いものこそ付加価値が高いんだよと言うのですが、若い設計者達にとっては、そのあたりの真意を理解することは少し難しいかなとも思います。

堀場 その点は、ホリバの場合も同じことが言えます。そもそもベンチャーで起こして成長した会社ですから、開発指向で、新たな製品や技術に常にチャレンジしたいという傾向が強い。反面、利益に対する考え方が甘くなりがちです。でも、若者達のチャレンジング・マインドは大切にしたい。

草間 付加価値の追求策の一つは選択と特化でしょうね。我々は液晶パネルの分野には早くから参入し、関連するパテントも粗方押さえており、STNにしる TFTにしる、技術的にはこなす実力は十分にあると自負しています。担当者は大型の表示パネルをやりたくてウズウズしているのですが、私は敢えてダメだと止めています。

確かに、液晶の売上を絶対額で見ますと、大型が80%で小型が20%と小型の市場規模は小さい。では大型のものをやっているメーカーがどれだけ利益をあげているかという疑問があります。設備投資も大きいですしね。

しかし、うちが主にやっているような高性能な小型パネルを作ることは、他社では難しいと思います。とくに携帯電話関連では、うちと同じレベルの消費電力のものはありません。これが、同業他社より2割くらい高つくいても世界の半分以上の携帯電話のメーカーさんに使っていただいている最大の理由です。

誇りある生産技術で勝負

堀場 あの競争の激しい業界で、20%も高いコンポーネンツを使おうというのは、よほどのメリットがあるということになりますね。

草間 とはいえ、半導体の分野では我々はまだ駆け出しで、現在のフォロワーの風を利用して、生産技術の確立に向けて一層力を入れていきたいと思っています。

堀場 我々メーカーにとって生産技術が重要であることは、私自身も身をもって体験しました。先程、ホリバが開発指向の強い会社であると申しましたが、それが進み過ぎて生産の大部分を協力会社に頼ってしまい、利益の面で厳しい時期がありました。

会社の規模が小さく、日本一とか世界一という製品を年に1つか2つ出せば会社全体が潤っている時代はよかったです。ある規模になると、どうしても安定な経営を確保するための商品が必要になります。つまり、利益率はさほど高くなくても市場にがっちり入っていける商品ですね。それで勝負しようとした時に、競合他社より価格が高くなりすぎているものが出てきました。

それで、なんとかしなければということで、私が生産担当になった時に主な協力会社10社ほどのトップとじっくり話し合いました。すると、「堀場さんが持ってきた図面をうちが書きかえてモノを作ってあげているんですよ」というような本音が聞こえてきて、これではとても生き残ってはいけないと痛感しました。

そこで、まず生産本部を作り、開発と工場とを一つの組織にして、開発担当者の妙なプライドを取り払いました。それから社内にパイロットラインを作り、治具も社内で作ることにしました。その治具で造ってもらうので



草間 三郎氏
Saburo KUSAMA

セイコーエプソン株式会社
代表取締役副社長

1939年10月
愛知県生まれ

1963年3月
静岡大学工学部電子工学科卒業

1963年4月
株式会社諏訪精工舎入社
(現セイコーエプソン株式会社)

1990年6月
セイコーエプソン株式会社
取締役

1997年4月
セイコーエプソン株式会社
代表取締役副社長



堀場 厚

Atsushi HORIBA

株式会社堀場製作所
代表取締役社長

1948年2月
京都府生まれ

1971年3月
甲南大学理学部
応用物理学卒業

1972年9月
株式会社堀場製作所入社

1975年6月
カルフォルニア大学工学部
電子工学科卒業

1977年6月
カルフォルニア大学大学院
工学部電子工学科修了

1982年6月
株式会社堀場製作所
取締役海外本部長

1992年12月
株式会社堀場製作所
代表取締役社長

すからノウハウは社内に確実に残ります。さらに、我々のドル箱であった車検場や修理工場向けの小型の自動車排ガス測定器を、韓国の中の工場で生産したんです。それやこれやとやるうちに2~3年で協力会社の対応がガラッと変わり、今ではコストダウンを図って共に生き残る方策を一緒になって考えてもらっています。

また一方では、インターネットでの公開入札による資材購入システムも早期に導入し、競争の原理もはたらくよう整備を進めています。

草間 さすがホリバさん。インターネット入札導入時期も早いですね。当社のルーツはウォッチですから、超精密マイクロ加工技術を非常に大事にしており、金型や治工具を作る部門は大変厳しく育てています。例えば、当社の小型ジェットプリンタのヘッド部のキャビティでは、インクがたまるギャップが 0.15μ 、ギャップの公差が $\pm 0.05\mu$ と、ものすごく精細な加工をしています。ご存知のように、半導体のデザインルールは、現在、 0.25μ から 0.18μ へ進もうとしている段階ですよ。

堀場 なるほど。メカニカルな加工でもそこまでいくのですか。認識を改めなければなりませんね。

草間 当社のインクジェットヘッドが数年前に大河内賞をいただいた時に、審査員長が「このインクジェットヘッドの精密加工は時計屋さんだからこそできたのですね」と講評された時には大変感激しました。

カラープリンティングの分野でもこの技術が生きています。現在のカラープリンタのほとんどは、カラーインクに熱をかけて噴射させる昇華型のヘッドを採用しており、像が安定しません。我々の方は圧電素子を使って静電的に飛ばすタイプなので、非常に鮮明な画像を描くことができます。

普通の銀塩フィルムでは1インチ当たり720ドットぐらいですが、今では定価2万円弱のものでも1440ドットと高解像度です。高解像度化にはもう一つ、画像処理の優劣も大きく影響します。当社のカラープリンタの特長は、ここにもあります。

堀場 本物の技術で勝負するというのは大変しんどいですよね。時間もかかり、コストも簡単には下げられない。ホリバでは、計測機器の心臓部であるセンサ自体を自社で開発・生産しています。パッと見たところではあまり大きな違いはありませんが、究極はそこで勝負をしていかなければなりません。当社のpHメータのガラス電極や赤外ガス分析計のニューマティック検出器などは、創業以来常にコツコツと努力をしてきたからこそ、今の高い評価につながっているのだと思います。

この部分をきっちりと市場にアピールし、理解していただくことも必要になります。昔はお城にこもっていてもお客さんが買いに来てくださいましたが、今は城にいと、兵糧責めみたいになってしまいますからね。

草間 そのとおりですね。当社では、製品のPRとあわせてアフターサービスのスピードにも力を入れています。他社に対してダントツの差をつけようということで、「日本全国どこでも1日修理」が基本方針です。実際は移送日数が加わりますが、長くて3日。東京都内なら1～3時間で修理します。ただ、クレームの7割は故障ではなくて使い方です。イギリスでは宅配業者と契約して、運転手さんがマニュアルを見て現場で対応する。直せない場合には後ろに積んでおいた予備と交換します。

新しい価値を生み出すアライアンス

堀場 まさに、ホリバの行動指針“Ultra Quick Supplier”ですね。(笑)
顧客サービスという点では、我々計測機器メーカーではソリューション・サービスが大変重要になってきています。「こんなデータが得られたのだが、どう解釈したら良いだろうか」という問い合わせが最近急増しています。これは、分析装置そのものが高度化・複雑化していることも原因の一つですが、それ以上に重要な点は、正確に測定し、データを正しく解釈するためには、その機器がどのような条件下で使われているかを詳しく把握することです。とくに、生産プロセスに直結して使う計測機器のような場合には、機器の導入前から、ユーザである現場の技術者の方と計測機器メーカーの担当者との綿密な情報交換や協力が欠かせません。その意味でも、アライアンスが必要な時代になっていますね。

草間 計測機器は、ラインの状態を掴み、コントロールするために不可欠です。ある意味では、計測機器の善し悪しが歩留まりを制すると言っても過言ではないと思います。
現在、生産設備の拡充を進めていますが、そこには我々が苦勞して蓄積してきた生産技術上のノウハウをいかに盛り込むか。とくに、コスト面からの厳しい検討が必要になっています。同様に、我々のラインに最も適した計測制御システムの構築が急務です。ここには、是非、ホリバさんの助けが欲しいものです。

堀場 願ってもないことです。現在、我々は色々な分野のユーザの方々と技術交流会などを通じて勉強をさせていただいておりますが、とくに半導体分野はニーズが多種多様であるうえに、スピードが命。一層密度の濃い交流をお願いします。
一つの業界あるいは一つの企業が何から何まで全てをやるよりも、各々がこれぞと言う特長を生かして、補い合う形でアライアンスを組むことによって、それぞれがより大きく前進していけるのではないのでしょうか。お互いが得をするWIN/WINこそが、新たな付加価値を生み出し、次なる夢の実現のためのキーワードとなるものと考えています。

地域に密着した環境問題への取り組み

堀場 ところで、御社は環境問題に対しても大変力をいれておられますね。

草間 フロンは、メガネを吹くのに適しているということで相当量使っていたのですが、1988年にフロンレスを宣言し、1992年には完了しました。また1997年の地球温暖化防止京都会議、例のCOP3の時に、中期的な方針として、重油換算での総エネルギー量を2001年までに1997年の25%を削減することを決め、さらに2010年までには60%削減しようと頑張っています。製品面からの環境対策としては、リサイクル活動を進めています。2001年末までには法人を対象、2003年までには一般のお客さんも対象として、買っていたいただいた当社の製品が不要になった時には引き取ってリサイクルする体制を完了する、という目標を掲げています。「捨てるものはない」というところまでもっていきたいのです。

堀場 徹底した取り組みをされているんですね。

COP3のお話が出ましたが、当社も環境関連の計測機器を多く作っており、この時には地元でもあり、できる限りの協力をさせていただきました。その一つが、自前の学術講演会の主催で、世界の環境計測に関する研究者にお集まりいただき、お話をさせていただきました。同時に、ホリバの技報Readoutの英文特集号を発行し、国際会議場および、同時期に開催された一般市民向けの展示会でも配布し、環境問題を科学的に理解していただくための一助としていただいております。

草間 そうですね。環境対策には地域の自治体や住民の理解、協力が必要になります。

当社も以前は、部品の洗浄にトリクレンを大量に使っていましたが、いざ井戸を掘ってみたら3つの事業所でかなり基準値をオーバーしていました。すぐに対策すると同時に市民につぶさに公表しました。現在、長野県と最寄りの市町村との共同で調査用の井戸を215本掘って監視しています。目標としては、2001年3月までには全工場を基準値以下まで減らすつもりです。そういうところでも、ホリバさんの製品は使わせてもらっているはずですよ。ただ、最近では、ダイオキシンをはじめ環境汚染は複合的になっていますから、測定もなかなか難しいようですね。

堀場 このことはプロセスモニタにも共通することですが、我々計測メーカーも、ただ測れますというだけではなく、こういうケースではこう対応しなければいけませんよというようなコンサルティングをして、総合的なアプローチをすべきですね。その点での不十分さが、日本の計測機器業界全体がいまひとつ脱皮できなかった理由だと思います。

ところで、御社では“SEIKO S&A”という活動を展開されていると伺いましたが、どのような活動を行っていらっしゃるのですか。

21 世紀を生き抜くために

草間 この活動の基は、1984年から始めたSEIKO S&Sがベースになっています。スクラム・アンド・スクランブル。何か問題が起こった時には全社総動員で短期的に解決を図るということです。1994年からは、より迅速にとの意味を込めて、SEIKO S&A、つまり Start together and Achieve together へと発展させていますが、基本はスクラム・アンド・スクランブルです。実は、実際にラグビーの平尾ジャパンをスポンサーしてるんですよ。

重要な開発の場合でも、何かあれば垣根をはずして一括集中で対処しなさいと言っています。たとえば競合他社が非常に安い値段を出してきて大問題だということになれば、他の事業部からも関連する範囲で一番優秀な者をどっと送り込んで一気にコストダウンを図るわけです。

堀場 なるほど。そこで技術シーズの総合力が発揮できるわけですね。当社の場合は“Ultra Quick Supplier”を実現しようと言っていますが、本質は同じですね。

ところで、最近、日本の技術や製造業のパワーがないとか、技術屋が自信を失っているという風潮がありますが、草間副社長はどのように捉えておられますか？

草間 私どもはメーカーですから、やはり基礎技術、モノづくりにはこだわっていきたいと考えています。携帯電話にしても中身はほとんどがメイド・イン・ジャパンですからね。でも、最近の若い人たちには、そういう手を汚すというか、時間をかけることを避けて通るところがあって心配しています。

堀場 結局は、子供の教育問題につながっていく大きな課題ですね。

草間 先日、児童問題研究所の所長さんが話しておられたのですが、いわゆるコンピュータゲームが日本に出てきたのは1962年で、子どもの時にそのゲームに一日何時間も夢中になっていた世代がいま子育てをしている。彼らには、自分の子どもをどう育てたらいいかという基本的なことができていないのではないかと。

よく、教育の根本は家庭と言われますが、企業の社会的なモラル、さらに進んで、社会貢献というものも問われてくると思います。

堀場 ファブレスから始まり教育問題まで多岐にわたる内容でお話しさせて頂き、時の経つのをすっかり忘れていました。

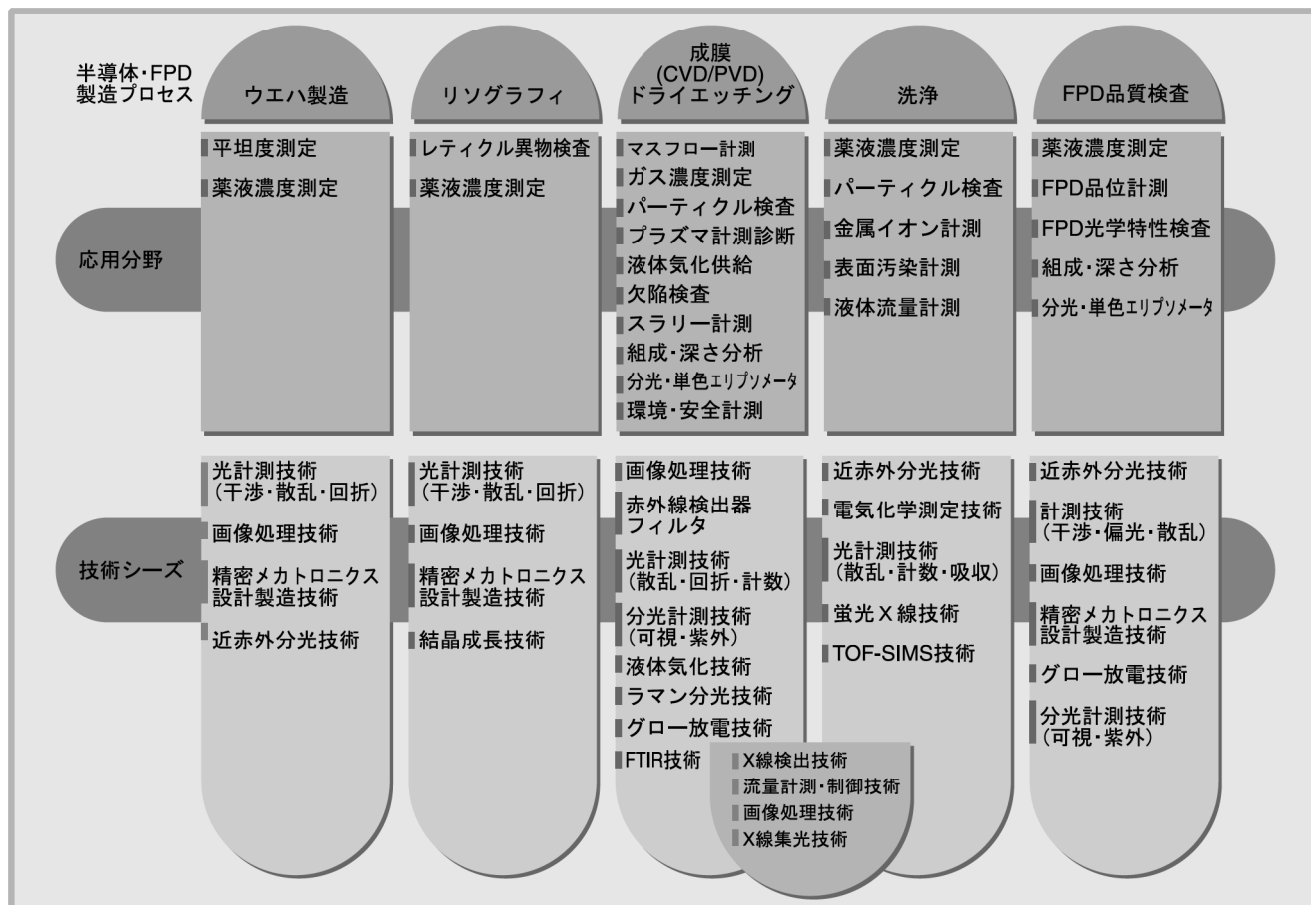
今日のお話し合いの中から、半導体・情報機器産業の最先端で今どのような活動がされており、我々計測機器メーカーはどのような対応をしなければならないかということについて幾多の示唆をいただきました。

本日は貴重なお時間を頂きありがとうございました。

ホリバグループの半導体関連製品とその展開

Products for Semiconductor Industry and Alliances of the Horiba Group

辻 勝也



要旨

インターネットや携帯電話の爆発的な拡大とともに半導体市場が確実に成長しており、これらを支える計測機器メーカーに対しても多様で迅速な対応が求められている。ホリバ、エステック、ジョバン・イボン、コス、愛宕物産のホリバグループの半導体関連各社は、先行するマスフローセンサ、薄膜計測、in-situ モニタ、FPD の4つを中心に置き、市場ニーズに基づき、迅速な製品・技術開発を展開している。本稿では、ホリバ半導体グループが今もっとも力を注いでいる代表的な製品を、半導体プロセスの市場・技術動向に対比させながら紹介する。あわせて、これら高いレベルの製品を実現するための具体的な製品・技術戦略についても述べる。

Abstract

As the use of the Internet and cellular phones increase, the semiconductor market enjoys steady growth. Suppliers to these industries must act promptly and diversely if they are to benefit in parallel. Horiba Group includes Horiba, Ltd.; STEC Inc.; Jobin Yvon S.A.; COS Co., Ltd.; and ATAGO BUSSAN Co., Ltd. Each of these semiconductor-related firms focus on mass flow sensor, thin film measurement, in-situ monitor, and FPD, rapidly developing products and technology according to the market's needs. In this article we will introduce some of the major products that the Horiba Group has actively developed, and compare them with trends in semiconductor processing market technology. The "Alliance" - the keystone of the Group's capability to swiftly provide advanced products for the market - will also be discussed.

1 半導体市場の動き

近年、ITとかECといった情報関連の新語が溢れている。これらは、いずれも優秀で安価な半導体の上に成り立っており、半導体産業をしっかりと支えているのが計測技術であり、我々機器メーカーである。

半導体業界では、急激に拡大、高度化、そして多様化する市場ニーズに素早く対応するために、生産ラインの革新を積極的に進めている。その一つが、DRAMで代表される大量生産型デバイスの生産ラインの効率向上である。従来のプロセスでの歩留り向上対策に加え、300mmの大口径シリコンウエハを導入するためにラインの大幅な切替えが進んでいる。二番目は、携帯電話の爆発的な普及による、小型液晶やフラッシュメモリなど高機能デバイスの新規開発と増産である。そして、三番目は、付加価値を高めるために、システムLSIやASICなどに素早く対応できるフレキシブルな生産ラインの構築である。

2 ホリバグループの半導体関連製品群

現在、ホリバがお付き合いいただいている半導体業界には、メモリやマイクロプロセッサなどのデバイスメーカー、半導体製造装置メーカー、材料メーカー、さらに評価機器メーカーなどがある。これらの分野で使われる計測機器は多種多様で、しかも、高度に洗練されたものが求められている。

ホリバは、pHメータで代表される水質分析技術、自動車排ガス分析装置で培われた赤外線技術、X線マイクロアナライザなど、液体・気体・固体分析技術をベースとして、各種の半導体用計測機器を開発してきた。とくに、世界の分光技術をリードしてきたジョバン・イボン社(JY S.A.)が1997年にホリバグループに参入して以来、マスフローメータの世界のトップメーカーである(株)エステックや水質分析を得意とする(株)コス、さらにはJY社の日本総代理店である愛宕物産のノウハウを含めて、ホリバグループ全体の総力を結集して、半導体計測分野への展開を図っている。

ホリバグループは、マスフローセンサ、薄膜、in-situ、FPDの4つのキーワードを中核において製品・技術開発を進めており、現在とくに力を入れている半導体関連製品を以下に紹介する。

2.1 分光エリプソメータ

より薄くて安定な薄膜を多層に形成することが、半導体デバイスの高度化・高密度化のカギを握っていると言っても過言ではない。どうしたら思い通りの薄膜が形成し、これを検証できるのか？

このほど開発した全自動超薄膜計測システム UT-300 は、多層・超薄膜の膜厚、屈折率、減衰係数などの光学定数を正確かつ迅速に測定できる全自動超薄膜計測システムである。この装置は、JYの分光技術、レチクル異物検査装置で培われたホリバのメカトロニクス、そして愛宕物産が貯えてきた薄膜演算解析技術(アプリケーション・ノウハウ)の三者が一体となり結実したものである。

2.2 インライン薬液モニタ/パーティクルカウンタ

洗浄プロセスは、薄膜形成と同様、半導体製造における基本プロセスの一つである。洗浄の良し悪しがデバイスの信頼性や歩留りに直結するため、使われる薬液の濃度やパーティクルの厳密な管理が欠かせない。

半導体薬液濃度モニタCSシリーズは、RCA洗浄液はじめ各種の薬液濃度をインラインで測定するモニタである。本シリーズでは、独自で開発した温度補償型多変量解析法を適用することにより、インラインモニタとして最も重要な高い安定性を実現している。

薬液用インラインパーティクルセンサPLCAシリーズは、超純水や薬液中の微粒子数の計数装置である。レーザ散乱法を測定原理とする本装置は、1984年に製品化して以来数多くの半導体工場でお使いいただいていた。この実績を基に製品化したPLCA-800は、ラインの状況に合わせて、複数のセンサモジュールを1台のユーティリティモジュールで制御することができる、コストパフォーマンスの高いインラインパーティクルセンサである。

この他、(株)コスでは、得意の水質計測のノウハウを活かして、純水用比抵抗計、イソプロピルアルコールの純度を監視するIPA比抵抗計や、最近多用されているオゾン水中の溶存オゾンモニタなど、洗浄プロセス用計測機器を製品化している。

2.3 液晶検査装置

パソコン、テレビ、携帯電話と液晶ディスプレイ(LCD)の市場が急速に拡大している今日、LCDの生産増強にともない、生産ラインの検査効率の向上が急務となっている。

自動液晶セル検査装置FLP-120MEは、LCDの点欠陥、線欠陥、ムラなどを自動的にチェックし、位置情報とともに表示する装置で、従来、効率アップのネックであったLCD目視検査の大幅な軽減を図った。本装置は、液晶検査装置のトップメーカーである(株)日本マイクロニクス殿とホリバが互いの得意とする技術を生かして共同開発したものである。

2.4 気液混合型インジェクションシステム

薄膜形成やエッチングプロセスでは、精密で迅速な流量の計測・制御が欠かせない。とくに、MOCVDやPECVDなどには、各種の液体や気体を複合的に使うケースが増えている。

本号で紹介する気液混合型インジェクションシステムは、マスフローコントローラの(株)エステックが開発した微量気体供給制御ユニットである。ペンタエトキシタンタルやトリメチルホスフェイトなどの液体原料をとして薄膜を形成する際に、原料を分解せずに薄膜装置に供給できると好評を得ている。

2.5 PFCs 濃度モニタ

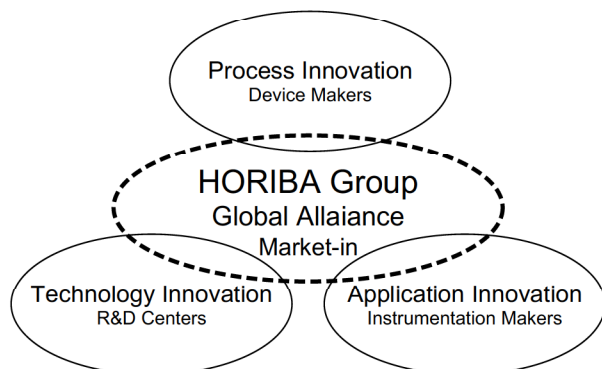
フロン系化合物がオゾン層を破壊したり地球温暖化現象を引き起こす可能性が指摘されている。反応性ドライエッチングなどドライ化が進む半導体プロセスでは、深刻な問題である。

フーリエ変換赤外線分光光度計をベースとしたPFC濃度モニタ FT-730Gは、半導体製造装置からの排ガス、クリーンルーム内の漏洩ガス、さらには装置に直結して、各種のプロロカーボンを検出できる。環境保護、安全確保、また反応過程の解析など多くの用途が考えられている。

この他、赤外線吸収の原理を応用して、弊社では in line タイプの小型専用ガスモニタ(IR-100,150シリーズ)もすでに製品化している。PFC分野においても、リサーチグレードのFT-730Gから将来の in line タイプまで、基本技術・製品力の基盤が完成している。

3 アライアンス

ホリバは「Ultra Quick Supplier(超短納期企業への挑戦)」を全社方針に掲げ、イノベーションを推進中である。分・秒単位でかわる半導体関連市場に対して、有限のリソースで素早く対応するためには、営業、研究開発、生産の全部門にわたる適切なビジネス・テクノロジーアライアンスが不可欠である。ホリバは、グループ内はもちろん、お客様をも含めたグローバルなアライアンスを進めている。



3.1 インターナル・アライアンス

ホリバとJY社は、それぞれの基盤技術をベースとして、分析・計測分野で確固たる実績をあげてきた。両者のアライアンスの成果の一つがUT-300である。

一方、(株)エステックは、公害測定機器の目盛校正用ガス発生装置を製品化するために、ホリバなど関連企業の協力により1974年に設立された。その後、流量制御技術と白金温度センサとを融合させたマスフローセンサを開発し、今ではマスフロー分野のトップメーカーとして、世界中に販売網を構築している。とくに、半導体業界とは緊密にお付き合いいただいている。

さらに、ホリバ本社では次世代計測技術の基礎となるマイクロセンサの開発・製造を進めている。社内にマイクロマシニングプロセスを導入し、この実現を図っている。これは、ホリバグループ関連各社の次世代センサ開発にも、大いに貢献できるものと考えている。この様に、センサレベルの自社グループ開発についても積極推進中である。

計測機器を半導体プロセスに持ち込もうとすると、ハードウェアが優秀であることは当然だが、ソフトウェア、とくに通信系の共通化が大変重要となる。エステックは、この分野での次世代の通信プロトコルと言われているDevice-Netを早くから導入している。今後は、本プロトコルの発展状況に合わせ、ホリバグループ製品に適時拡大していく。

3.2 グローバル・アライアンス

従来計測機器メーカーは、半導体、自動車、医用などと業界をマクロに捕らえ、それぞれに平均的に必要な製品を開発し、提供してきた。しかし、ニーズが多様化し、迅速な対応が求められる今日、サプライヤーサイドの論理だけでの対応は困難である。とくに、半導体業界では許されない。

現在、ホリバでは、国内外のお客様と頻りに技術交流会を開催し、一緒になってソリューションを求め、解決を図っている。

一方で、ますます高度化する半導体技術に呼応し、分析技術のレベルアップのために、世界中の有力な研究機関と積極的に共同研究をしている。分光エリブソメータの高い性能は、フランスの著名な国立研究所 Ecole Polytechnique とJY社との間の、人的交流を含めたアライアンスがベースとなっている。

4 今後の展開

今後のホリバグループ半導体事業は、製品分野として以下の4+1の方向を目指して展開して行きたい。

- ① ガス・液体の高度供給次世代対応（MFCなど）
- ② 薄膜計測プラットフォームを基盤として、ホリバグループのセンサ技術を積極的に搭載（薄膜計測複合・総合解析システム）
- ③ in-situ monitorの事業をdry・wet分野へ展開（洗浄プロセスモニタ，CVD・Etchingプロセスモニタなど）
- ④ 上記①～③のFPD分野への展開

そして、もう一つは環境・健康・安全（Environmental Health and Safety:EHS）分野である。ホリバは環境用計測機器の総合メーカーとして、各種の水質・大気分析機器を製品化してきたが、地球温暖化の原因物質の一つであるPFCsの濃度モニタなど、半導体分野に対しても積極的に貢献していきたい。

これらを推進するためには、とくに、半導体市場の真のneeds・wantsを的確に把握する仕組みが必要と認識している。このために、外部との各種交流は、従来概念に捕らわれず、積極的に展開していきたい。マーケティング機能の強化も重要で、ホリバグループ半導体開発会議を定期開催し、互いのベクトル合わせも継続していきたい。また、ホリバグループでは、従来の海外販売・サービス・生産・開発にわたる各拠点網に合わせ、さらにグループ情報ネットワーク（HORNET）による日々の情報をリアルタイムに共有する環境が整ってきた。今後は、これらをフルに活用したグローバル事業運営を一層強化すると同時に、これを推進する人材の育成も合わせて推進中である。お客様各位の一層のご支援・ご指導を心より願っている。



辻 勝也

Katsuya TSUJI

半導体システム統括部

統括部長

全自動超薄膜計測システム UT-300

Full Automatic Spectroscopic Ellipsometer UT-300

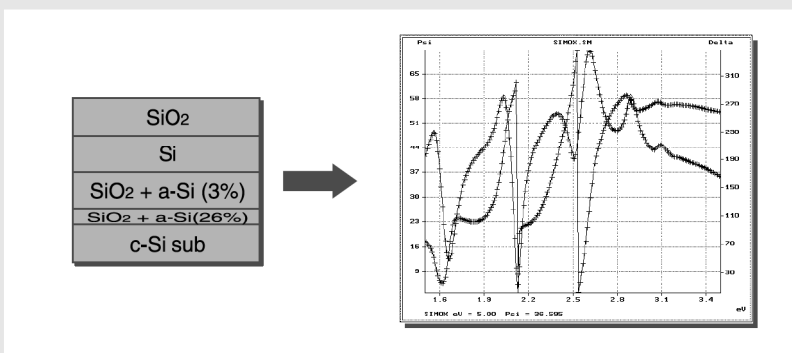
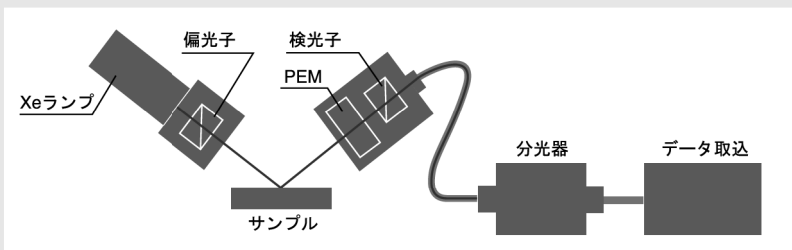
Part 1 システム構成

全自動超薄膜解析装置 UT-300



Part 2 Basic Principles of Ellipsometry and PEM

測定原理



Part 3 多層膜解析の実例

SIMOX基板の解析例

要旨

急成長するIT関連市場のニーズを受けて、ますます高度化する半導体プロセス、中でも薄膜プロセスが半導体のさらなる発展のカギを握っている。果たしてどれぐらいの厚さの膜が、そしてどのような品位の膜が形成されているのだろうか？このような技術者の疑問に確実かつ迅速に答えてくれる薄膜評価法として、最近、偏光解析法、とくに分光エリプソメータが注目されている。堀場製作所、ジョバンイボン、愛宕物産のホリバグループ3社は、それぞれの得意分野をフルに活用して、全自動超薄膜計測システムUT-300を開発した。本装置は、半導体ラインに直結して、多層・超薄膜の膜厚、屈折率、減衰係数などの光学定数を正確かつ迅速に測定することができ、半導体プロセスの生産性向上に貢献するものと期待されている。本稿では、「Part 1：システム構成」、「Part 2：分光エリプソメトリの原理とPEM」、「Part 3：多層膜解析の実例」の3編の論文に分けてUT-300を詳しく紹介する。

Abstract

The needs of fast-growing IT-related markets must be supplied by the ever-evolving semiconductor manufacturing industry. The thin film process in particular is critical to future development. How thick is the film and what is its quality? Engineers need fast accurate answers to these questions, and they are being increasingly supplied through polarized light analysis, and by the spectroscopic ellipsometer in particular. Three of the Horiba Group companies - Horiba Ltd.; Jobin Yvon/S.A. and ATAGO BUSSAN Co. Ltd. - taking advantage of their each specialities - have worked together to produce the Full Automatic Spectroscopic Ellipsometer UT-300.

Installed in semiconductor production lines, the device quickly and accurately measures properties such as refractivity and attenuation coefficient, as well as the film thickness of multilayered and ultra thin films. Increased productivity in semiconductor production lines so equipped is anticipated. In this article, we will discuss, "Part 1 : System Configuration", "Part 2 : Basic Principles of Ellipsometer and PEM", "Part 3 : Example of the Multilayer Analysis". Each will be discussed individually as a thesis.

要旨

全自動分光エリプソメータ UT-300 は、半導体薄膜の膜厚、屈折率、減衰係数を正確に測定・解析できる全自動超薄膜計測システムである。半導体分野における薄膜計測のニーズを背景に開発された UT-300 は、ますます高度化・多様化する半導体生産ラインに合わせて、フレキシブルなシステム構成となっている。ここでは、システム構成の概要と特長的な機能を紹介する。

Abstract

The UT-300 is a full automatic ultra-thin film measurement system which can accurately measure and analyze refractive index, and attenuation coefficient, as well as the thickness of semiconductor thin films. The UT-300 has been developed amid the needs for thin-film measurement in the semiconductor field, and has a flexible system to suit the ever-advancing and diversifying semiconductor product lines. Here, I will discuss the system configuration and main features.

1 半導体分野における薄膜計測のニーズ

近年、半導体やFPDの製造工程において、薄膜関連の計測・制御技術の重要性が注目されている。とくに、より薄いゲート酸化膜や低吸収膜などが新世代デバイスに採用されていることもあり、1~5nmという超薄膜の膜質評価が求められている。また、フラッシュ・メモリに採用されている、シリコンの酸化膜と窒化膜を交互に積み重ねた多層膜構造(ONO膜)やSOIウエハ上の多層膜などを、より正確に評価することが求められている。

これらの薄膜は、膜の物理的な厚さの他に、屈折率や減衰係数などの光学特性や組成の均一性などの評価が必要とされている。従来、半導体の製造現場では、干渉計を使って膜厚を測定したり、分光光度計による分光反射率測定やレーザー光源を用いたエリプソメータによる偏光解析法により光学定数を求めてきた。とくに、多波長を同時に測定する分光エリプソメータは、紫外から可視、赤外にいたる広い波長領域を高精度に測定できるため、半導体プロセスにおける超薄膜、多層膜の解析・評価用として注目されている。

一方、半導体デバイスの線幅はますます微細になっており、現在0.35~0.25 μm 、次世代デバイスでは0.18~0.13 μm が採用されようとしている。これらの製造現場では、微小な異物(パーティクル)が歩留りに大きく影響することが知られており、決定的な汚染源である作業者とウエハを

切り離すことが求められている。そこで、各工程間の搬送用として前開き一体形ポッド(Front Opening Unified Pod: FOUP)が考案され、ロボット搬送システムと合わせて、完全無塵化に向け急速に改善が図られている。また、生産効率を上げるために、直径300mmとシリコンウエハの大口径化も進んでいる。

半導体プロセスの生産性向上のために、これら生産ラインの高度化・多様化に対応できる薄膜評価装置が強く求められている。

2 UT-300の開発背景

1997年にフランスの理化学機器メーカー Jobin Yvon S.A. (JY社)がホリバグループの一員に加わった。JYは、高精度の回折格子を基盤とした各種の分光装置を製品化しており、分光エリプソメータも世界中の大学や研究機関を中心に約200台の販売実績があり、高い評価を受けている。また、愛宕物産(株)は、JY社の分光エリプソメータの日本総代理店として、機器の販売からメンテナンス、さらには独自のデータ解析用ソフトまで、薄膜評価に関するノウハウを提供・蓄積してきた。一方、堀場製作所は、永年にわたりレチクル異物検査装置(PDシリーズ)、半導体製造プロセスにおける自動ハンドリングシステムや工場内データ通信技術などのノウハウを培ってきた。

おりしも半導体工場では、従来のように生産ラインの評価用ウエハを取り出して測定・評価する方法から、ラインに直結できるin-situ薄膜計測システムへの要望が急増している。

堀場製作所/JY/愛宕物産のホリバグループ3社は、これらの半導体製造ラインが高度化・多様化している状況に呼応する形で、分光エリプソメータをベースとした全自動超薄膜計測システム UT-300 (図1)を開発した。



図1 全自動超薄膜計測システム UT-300
Full Automatic Spectroscopic Ellipsometer UT-300

3 UT-300のシステム構成

UT-300は①分光エリプソ本体、②ウエハ搬送機構、③計測制御システムの三つの要素からなる。

3.1 エリプソメータ

分光エリプソメータは、試料表面から反射した偏光の変化量を測定し、薄膜の膜厚と光学特性(屈折率, 吸収係数)を高精度で算出する装置である。JY社の分光エリプソメータの最大の特長は、位相変調をするために光弾性変調子(Photoelastic modulator:PEM)を使っている点で、このため超薄膜の光学定数を高精度に測定できる(図2)。詳細は、本稿に続く「Full automatic Spectroscopic Ellipsometer UT-300 (Part 2) Basic Principles of Ellipsometry and PEM」で詳しく述べる。

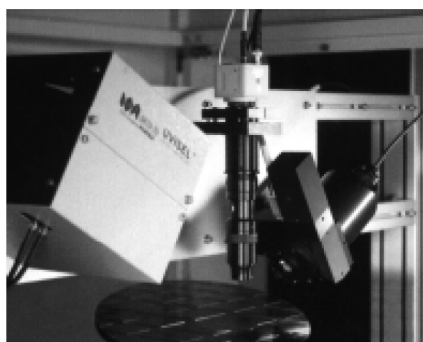


図2 光学系
Optical system

3.2 搬送系

UT-300は、エリプソメータ単体の優れた性能を保持したまま、生産ラインで高い効率の測定・評価ができるようにシステムを構成している。

近年、生産ラインの効率アップを図るためにミニエンバイロメントの考え方がさかんに導入されている。この考え方は、ウエハを成膜装置や検査装置へ移動する際にFOUPやAGV(自動搬送車)などを使って、できる限りクリーンな環境を保とうとするものである。UT-300は、300mm対応のFOUP(ダブル/シングル)にも、また6~12インチのオープンカセットのいずれにも、ラインの状況に合わせて最適なシステム構成を選択できる。図3に典型例を示す。

なお、通信にはGEM(Generic Equipment Model)やSEC II(SEMI Equipment Communications Standard)などの国際標準規格にも適応し、ラインのホストコンピュータと直結できる。

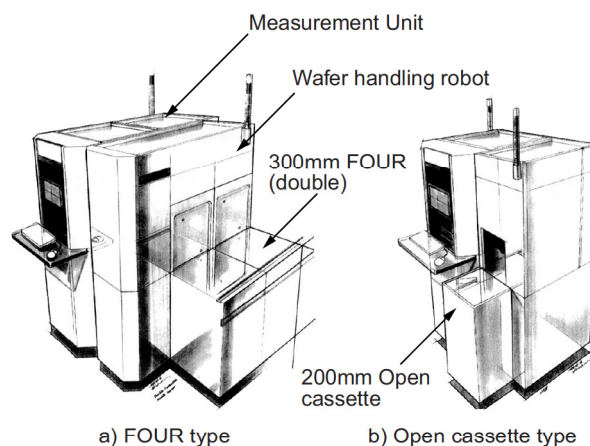


図3 システム構成例
Typical system configuration

3.3 計測制御

測定条件は、オペレータ・モードとエンジニアリング・モードの2種類が用意されており、測定内容や測定担当者の習熟度に応じて選択する。同じ条件で繰り返し測定するような生産ラインで使う場合には、オペレータ・モードが便利である。このモードでは、Job-set画面(図4)でJob-nameを選択するだけで測定でき、複雑な計測レシピや手順を改めて設定する必要がない。一方、成膜プロセスの条件出しや新しい膜を評価するような場合には、エンジニアリング・モードで最適計測条件を選び出す。

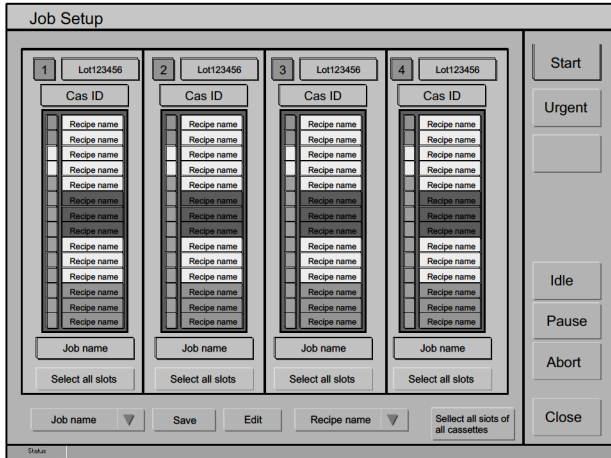


図4 Jobセットアップ画面
Job set up screen

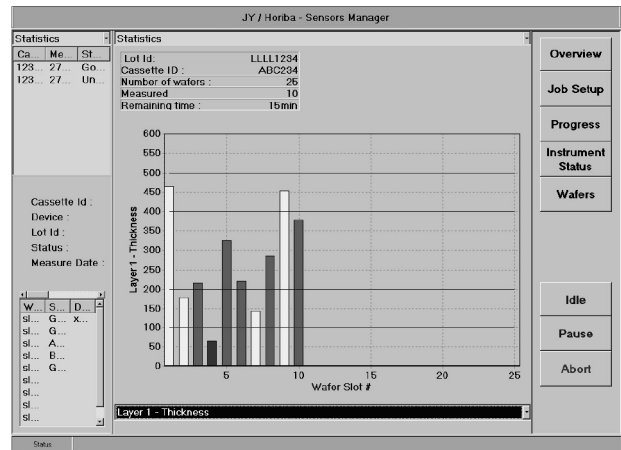


図6 計測結果のトレンドグラフ
Trend graph screen of measured results

測定は全自動で行われ、高精度パターン認識機能と組み合わせて、ウエハ内の膜厚分布と測定位置を対応して表示することができる(図5)。

計測結果の管理画面では、各ウエハごとに屈折率、減衰係数を表示し、またトレンドグラフ表示(図6)により成膜状態の経時変化を的確に把握することもできる。さらに、あらかじめ膜厚の管理範囲を設定しておく、これからはずれた場合には赤色や黄色で表示するため、一目で品質管理ができる。

UT-300の基本的な仕様を表1に示す。

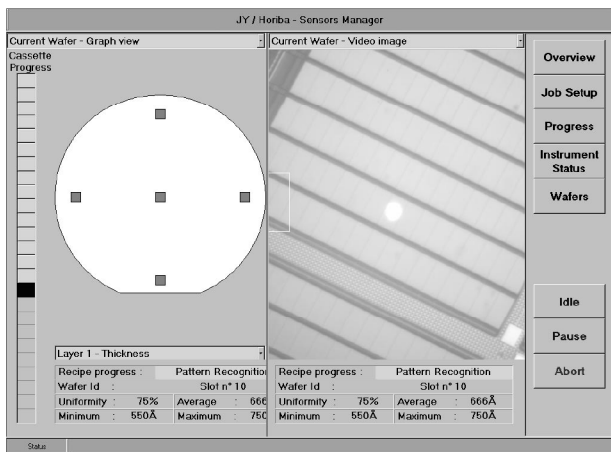


図5 計測ポイント表示画面
Measurement point screen

型式	全自動超薄膜計測システム UT-300 シリーズ
検査対象	Si ウエハ
ウエハ仕様	標準：200mm, 300mm (ノッチ, オリフラ付)
測定性能	NISTの標準サンプルを使用 ビーム成形用ピンホールサイズは1mm 分光器はマルチチャンネルを使用 再現性精度：同一点を30回連続測定し、3σの標準偏差で規定する 膜厚(3σ) +/-0.1nm以下 (+/-1%) (10nmのNIST SiO ₂ を使用) +/-0.25nm以下 (+/-0.5%) (50nmのNIST SiO ₂ を使用) +/-0.25nm以下 (+/-0.25%) (100nmのNIST SiO ₂ を使用) +/-0.15%以下 (200nmのNIST SiO ₂ を使用) 注1) NIST サンプルが汚染されていない事
スループット	約90枚/時間 目標 (主な条件) SiO ₂ 単層膜 波長(248~830nm) マルチチャンネル分光器の内、16chを使用 積算時間：200msec 演算時間：約1s/point 程度と仮定 ビームスポット径は1mm以上を使用 測定ポイントは5ポイント/ウエハとする サンプルロード/アンロードを含む ロボット：シングルアーム仕様 注1) サンプルウエハは汚染されていない事
使用波長	248nm ~ 830nm

表1 UT-300の基本的な仕様
Basic specifications of the UT-300

4 おわりに

UT-300は急増する薄膜解析のニーズを背景に開発した。本装置は、世界トップの性能を誇る回折格子のJY社の分光エリプソメータを心臓部とし、ホリバのメカトロニクス、さらに愛宕物産のアプリケーションノウハウとが結集した、最初の全自動超薄膜計測システムである。従来のエリプソメータは、主に研究室で熟練した技術者・研究者が使う専門性の高い、いわば使いにくい計測機であった。UT-300は、半導体の製造現場で誰もが手軽に使える装置を狙ったものである。

また本装置は、ホリバグループ各社が保有する各種のセンサ技術、計測制御技術、データ処理・解析技術を組み合わせることによって、薄膜計測の統合ステーションに発展する大きな可能性を持っている。

本稿をきっかけにお客様との交流を一層緊密に図り、より良い製品をご提供できることを願ってやまない。



永井良典

Yoshinori NAGAI

半導体システム営業部

マネージャー

Nadine BLAYO, PhD *

* Jobin Yvon S. A.

Abstract

With increasing semiconductor device integration, many layers thickness is shrinking below 10-100 Å. The precise control of layers thickness and materials characterization has thus become a major concern. This trend explains how Spectroscopic Ellipsometry has spread within 10 years from Research Labs to most semiconductor fabs. As an optical technique, it is non destructive, and can be employed on product wafers. And it has unequalled capabilities for thin film characterization.

JY's spectroscopic ellipsometer is based on the use of a PEM modulator, which allows fast and accurate measurements. The optical system combines with a powerful numerical data acquisition system, that enables real time multiple wavelength computing. We compare JY's technology with other systems, such as rotating polarizer type of ellipsometer. As detailed in another paper from this serie, PEM ellipsometer proves to be the most sensitive and precise technique for ultra thin films measurements.

要旨

半導体デバイスの集積度が上がるにしたがい、1~10nm以下の非常に薄い薄膜の精密な膜厚制御や特性評価に関心が集中している。この傾向は、以前は主に研究室で使われていた分光エリプソ法が、ここ10年の間にほとんどの半導体生産現場に導入されている事実からも明らかである。これは、光学的な測定原理に基づき非破壊検査が可能な本法は、生産ラインのウエハを直接検査することができ、しかも他に匹敵し得る評価法が見当たらないためである。

ジョバンイボン社(JY)の分光エリプソメータは、フォトエラスティック・モジュレータ(PEM)を使った位相変調方式を採用しており、高速で正確な測定ができる。強力なデータ採取システムを一体化した光学系により、多波長のリアルタイム演算が可能である。本機は、回転偏光子型のエリプソメータを凌ぐ、超薄膜用として最も感度が高く、高精度である。

1 Spectroscopic Ellipsometry

Ellipsometry is an optical technique used for Thin Films thickness metrology. Spectroscopic ellipsometers have recently emerged as powerful tools in the semiconductor and flat panel display fabrication, because such instruments are capable of non destructive in line characterisation of multilayers thin films stacks deposited on silicon substrates.

Based on the measurement of the change in light polarization upon reflection from a sample surface, ellipsometry derives thin films thickness and optical properties (refractive index and absorption coefficient) with extreme accuracy. The spectroscopic capability allows for simultaneous determination of multiple parameters : for example multilayer thickness and composition of thin film stacks.

Ellipsometry means measuring an ellipse, unfortunately this ellipse of polarization is not visible to human eye. Light arises from electro-magnetic vibrations and is described not only by its colour (or wavelength), intensity, but also by its polarization. If we could see a linearly polarized light reflecting from a flat surface, it would appear elliptically polarized after reflection. Indeed, the two components of the electromagnetic field, one "in the plane of incidence" (p), and the other perpendicular (s) to the plane of incidence, experience different attenuation and phase shift at the reflection (Fig.1). Ellipsometry measures the ratio of these reflection coefficients, and is usually described by a set of two data, Psi and Delta :

$$\rho = r_p/r_s = \tan(\Psi) \cdot \exp(i\Delta)$$

As r_p and r_s are linked to the material refractive index (through Fresnel's law), the materials optical properties can be derived as a function of the recorded wavelength. So, measuring the ellipse can indirectly give us informations about the surface it reflects from. Spectroscopic measurements, by recording Ψ and Δ as a function of the wavelength, give information about materials dispersion and absorption.

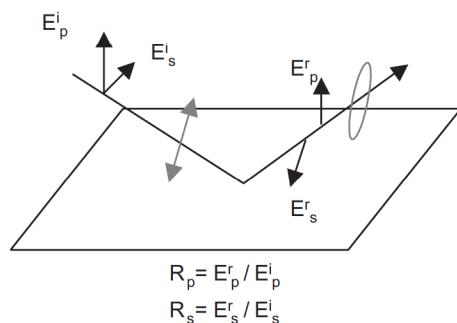


Fig.1 Principle of ellipsometry

There are different solutions to modulate light polarization : one is by mechanically rotating one of the polarizers (Fig.2), which modulates the direction of polarization, the other by inserting a Phase Modulator (or PEM), that modulates the phase of the polarization, by periodically transforming the input linear polarization into an elliptical polarization (Fig.3).

What are the advantages and drawbacks of each technique ?

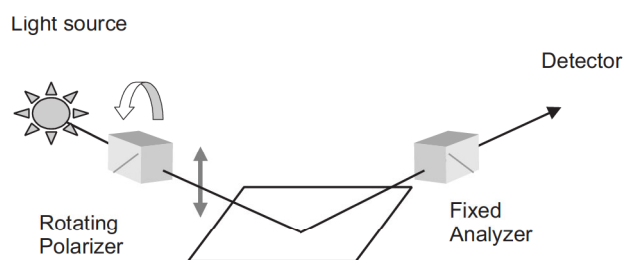


Fig.2 Rotating Polarizer type of ellipsometer

2 Different Modulated SE Techniques

In metrology tools, signal modulation is commonly used to speed up data acquisition while improving Signal to Noise ratio.

An ellipsometer is made by illuminating a sample with polarized light under oblique angle of incidence : a first polarizer is placed before the sample to define initial polarization, and another polarizer (usually called analyzer) placed in front of the detector to analyze beam polarization after reflection onto the sample. Different setups can include additional elements.

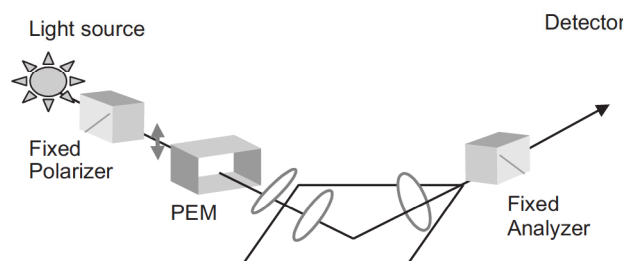


Fig.3 Phase Modulated Ellipsometer

全自動超薄膜計測システム UT-300 Part 2 分光エリプソメトリの原理と PEM

1 分光エリプソメータ

半導体や FPD など生産現場において、分光エリプソメトリは、多層薄膜の光学的特性評価法として近年とみに重要性が増している。

分光エリプソメータ (SE) は、薄膜表面から反射光の偏光状態の変化から膜厚と光学特性 (屈折率, 減衰係数) を高精度に算出する装置で、多層膜の膜厚や組成などの多数のパラメータを同時に求めることができる。

電磁波 (光) は、色 (波長) と強度だけではなく偏光状態でも記述される。平坦な表面で反射した直線偏光は楕円偏光となる。電磁波には入射面内にある成分 (p) と入射面に垂直な成分 (s) の 2 成分があり、反射による減衰と位

相変化はそれぞれの各成分で異なる (Fig.1)。

SE では、これら 2 成分の反射係数の比 (r) を測定する (式)。

分光器で Ψ と Δ を波長の関数として測定し、物質の分散と減衰に関する情報を得る。

2 SE の変調方式

計測機器では、SN 比の向上のために、信号に変調をかけて高速でデータをサンプリングする。SE では偏光をサンプルに対して斜めに入射させる。入射側には第一の偏光子が、出射側には第二の偏光子 (検光子) が置かれる。

SE における光変調にはいくつかの方法がある。一つは、偏光子を機械的に回転させる方法 (Fig.2) で、もう一つは、位相変調器 (PEM) を用いて直線偏光を楕円偏光に周期的にする方法 (Fig.3) である。

2.1 Rotating Polarizer / Rotating Analyzer Types : Simple, but Slow and Inaccurate

Rotating a polarizer at constant speed is a simple technique : it does not need additional elements, and modulation is the same for all wavelengths. However, measurements are relatively slow, limited by mechanical rotation speed (few 10 or 100 Hertz). In addition, such modulation frequencies fall within noise range from other mechanical devices, that can perturb data acquisition. Also, such systems are affected by source or detector residual polarisation sensitivity, or by polarizer inhomogeneities over the beam rotation. Such imperfections can partially be reduced by a calibration, but they can drift with time, thus introducing errors.

Signal equations from a rotating type ellipsometer provide functions of $\tan(\Psi)$ and $\cos(\Delta)$: Δ precision is low, in the regions where $\Delta = 0$ (180°). As it turns out that Δ is the most sensitive parameter to small changes, such as from ultra thin films, Δ precision is extremely important to determine ultra thin films.

2.2 PEM : Fast and Accurate

JY's PEM ellipsometer combines two key elements : phase modulation and an entirely numerical data acquisition and processing system. These features allow for a robust design with no mechanically moving parts, and for rapid and precise measurements.

The PEM is a transparent quartz bar (Fig. 4), to which is applied a sinusoidal vibration, though piezo-electric elements : an electrical signal is applied to piezo electric transducers that induces mechanical strain and is transferred from the piezo to the quartz bar. This mechanical strain induces a periodical birefringence into the quartz bar. When polarized light is going

through the modulator, it is affected by the modulated birefringence, and as a result the two components undergo a modulated phase shift : an input linearly polarized beam becomes elliptically polarized at the output of the modulator, and the size of the ellipse is modulated at the frequency of modulation. This modulation is performed without any mechanical movement, resulting in improved signal stability and accuracy. Signal equations provide $\tan(\Delta)$ and $\cos(2\Psi)$: Δ precision is thus excellent over the whole range.

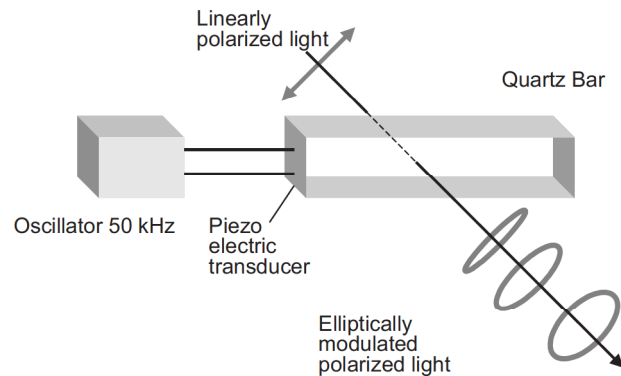


Fig.4 Principle of Photo-Elastic Modulator

The PEM high frequency modulation (50 kHz) allows fast measurement, with minimum 5 ms acquisition time. The fast electronic acquisition filters out noise due to low frequency vibrations which results in higher signal to noise ratio than Rotating Polarizer modulation. Because it results from a sustained oscillation, each PEM frequency is fixed by the bar length and thus extremely stable (less than few Hertz jitter). In addition, our new real time multichannel data acquisition system can perform simultaneous measurements over multiple wavelengths, without increasing integration time.

2.1 回転偏光子／回転検光子型 : シンプルだが応答が遅く、不正確

このタイプは、構成がシンプルで、全波長にわたり同じ変調方式が可能である。しかし、測定時間が長く、他の機械部品の振動により測定精度が低下する欠点がある。もちろん、光源や検出器の感度、偏光子の不均一性などの影響も受ける。

本方式の状態式は、 $\tan(\Psi)$ と $\cos(\Delta)$ で表すことができ、 $\Delta = 0, 180^\circ$ の時には Δ の精度が低下する。つまり、超薄膜の場合には、わずかしき変化しない Δ の精度が極めて重要となる。

2.2 PEM : 速くて正確

JY の PEM/SE は、位相変調をかけ、全ての数値データ採取・処理・処理手段を組み合わせ、可動部のない設計をしたことにより、高速で正確な測定が実現できた。

PEMは透明な石英板に圧電素子を貼り付けたもので、これに正弦状の電圧を印加させると周期的に複屈折が生じる。直線偏光は PEM を通過すると、複屈折により p, s 二つの成分で位相差が生じ、楕円偏光となる。PEMには可動部分が全くないため、安定で正確な信号が得られる。出力からは $\tan(\Delta)$ と $\cos(2\Psi)$ が得られる。 Δ の精度は全波長にわたり優れている。

高周波数変調された PEM (50KHz) では最高 5ms の高速測定が可能となった。これにより、低周波数ノイズを除き、回転型偏光方式に比べて高い SN 比を実現した。

PEM requires a more careful control than a rotating polarizer, but Jobin-Yvon has acquired this knowledge, as PEM are used in JY's dichrographs for more than 20 years. The amplitude of modulation is calibrated from fabrication versus electrical signal, and versus wavelength. Modulation is internally controlled, so as to provide easy and extremely stable measurements. This requires in particular, a good PEM thermal stability.

As a result JY's PEM SE (Fig.5) are classed the most accurate spectroscopic ellipsometers, with excellent S/N ratio, over the whole UV-visible range (190-850 nm.).

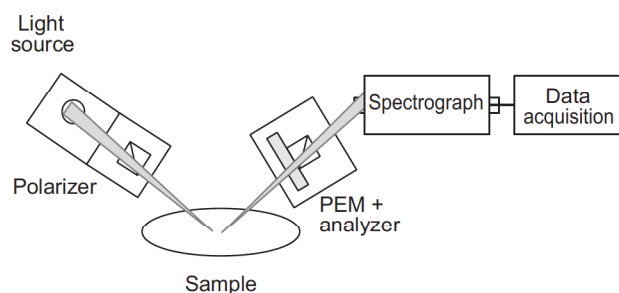


Fig.5 Jobin-Yvon PEM ellipsometer setup

3 Conclusion

The PEM technological advantage is combined with our expertise in materials characterization and thin films analysis, to provide high performance characterization techniques in the semiconductor thin film industries. As detailed in another paper from this serie, PEM ellipsometer proves to be the most sensitive and precise technique for ultra thin films measurements.

さらに、マルチチャンネル・データサンプリングシステムを採用し、積算時間を長くとも、多波長のリアルタイム測定が可能となった。

PEMは回転型よりも厳密な制御が必要となるが、JYでは20年以上にわたるダイクログラフ技術の蓄積により解決している。変調の振幅は製造段階で正確に校正されており、また、内部回路で自動制御されているため、極めて安定な測定が可能である。

以上の技術をベースとして、JYのPEM/SE (Fig.5)は190-850nmの波長全領域で最高の性能を有している。



Nadine BLAYO, PhD

Optics and Mechanics R&D Group

Thin Films Group Division

Jobin Yvon S.A. / Horiba Group

3 おわりに

以上、PEMの優位性と、材料特性評価ならびに薄膜解析のノウハウとをうまく融合させた、JYの分光エリプソメータの概要を述べた。本PEMエリプソメータが、より高感度で高精度な超薄膜測定ができる点については、機を改めて詳しく述べる。

(抄訳 編集部)

平川誠一*, Nataliya Nabatova GABAIN*, 和才容子*, 飯田 裕*

*愛宕物産株式会社

要旨

全自動分光エリプソメータ UT-300 は、生産ライン向けに特化した全自動膜厚計である。ここでは、そのレシピ作成の中核をなす分光エリプソメータのスペクトル解析について述べる。UT-300 のターゲットである最先端の膜種は、解析手法も最新の技術が用いられるが、今回はそのベースとなる解析手順とその際考慮すべき点を中心に解説する。

Abstract

The UT-300 spectroscopic ellipsometer is a fully-automated measuring system developed specifically for use on semiconductor production lines. In this article, the authors discuss the essential spectrum analysis steps required to perform multilayer analysis and provide pointers on the effective use of the instrument.

1 分光エリプソの原理

分光エリプソメータ (Spectroscopic Ellipsometer: SE) は、入射光と反射光の偏光の変化量を測定し、その結果から膜厚 (d)、複素屈折率 (n, k) を算出する装置である¹⁾²⁾。偏光変化量とは振幅 Ψ と位相差 Δ であり、波長 (λ)、入射角度 (ϕ)、膜厚、複素屈折率等のパラメータに依存するので、その関係は次のようになる。

$$(d, n, k) = f(\Psi, \Delta, \lambda, \phi)$$

入射角度を固定した場合、単一波長エリプソメータでは、

$$(d, n, k) = f(\Psi, \Delta)$$

となり、 d, n, k の三つの未知数に対し、二つの独立変数しか測定できないので、 d, n, k の内のいずれか一つを既知として固定する必要がある。

単一波長でも角度を変えると測定変数は増加するが、入射角度の違いによる $(\Psi_{\phi_1}, \Delta_{\phi_1})$ と $(\Psi_{\phi_2}, \Delta_{\phi_2})$ に強い相関関係があるため、 d, n, k を精度良く求めることは難しい。

一方、分光エリプソメータは多波長測定であるため、

$(d, n(\lambda), k(\lambda)) = f(\Psi(\lambda), \Delta(\lambda))$ の関係になる。膜厚は波長に関係なく一定であるので、三つの未知数を同時に求めることができる。

また、多層膜では、 $(d_1, n_1, k_1), (d_2, n_2, k_2) \dots$ と未知数が増えるので、多数の波長で測定できる分光エリプソメータのみが測定可能となる。

2 多層膜解析の実例

図 1 に SIMOX 基板 (Separation by Implanted Oxygen) の解析例を示す。

測定値は各波長の Ψ, Δ (+++) で表示され、実線はモデルのスペクトルである。スペクトルは、通常、変化を見やすくするため波長はエネルギー (eV: エレクトロンボルト) で表示する。 ($E = h \nu$ から、 $1 \text{ eV} = 1.2398 \mu \text{ m}$)

測定される Ψ, Δ は、基板、膜まで含んだトータルの値で、これを Ψ_E, Δ_E とすると、

$(\Psi_E, \Delta_E) = f(d_1, d_2 \dots d_n, n_0, n_1, \dots n_n, k_0, k_1, \dots k_n)$ と表現することができる。

したがって解析作業としては、① 基板の (n_0, k_0) 、1 層目の (d_1, n_1, k_1) 等、各層ごとに初期値を仮定して、トータルの (Ψ_M, Δ_M) を算出し (モデリング・シミュレーション)、② 測定スペクトル (Ψ_E, Δ_E) とシミュレーション・スペクトル (Ψ_M, Δ_M) が近くなった所で、最終的にフィッティングをかけて合わせ込む。実際の生産ラインでは、あらかじめ合わせ込んだものをいくつかレシピとして用意しておく。

SIMOX の例では、Si 基板上に界面層を設定する 4 層モデルにより、測定データとモデルが一致する。両者の乖離の量は最小二乗誤差の χ^2 という数値で表され、4 層モデルの方が明らかに小さい。

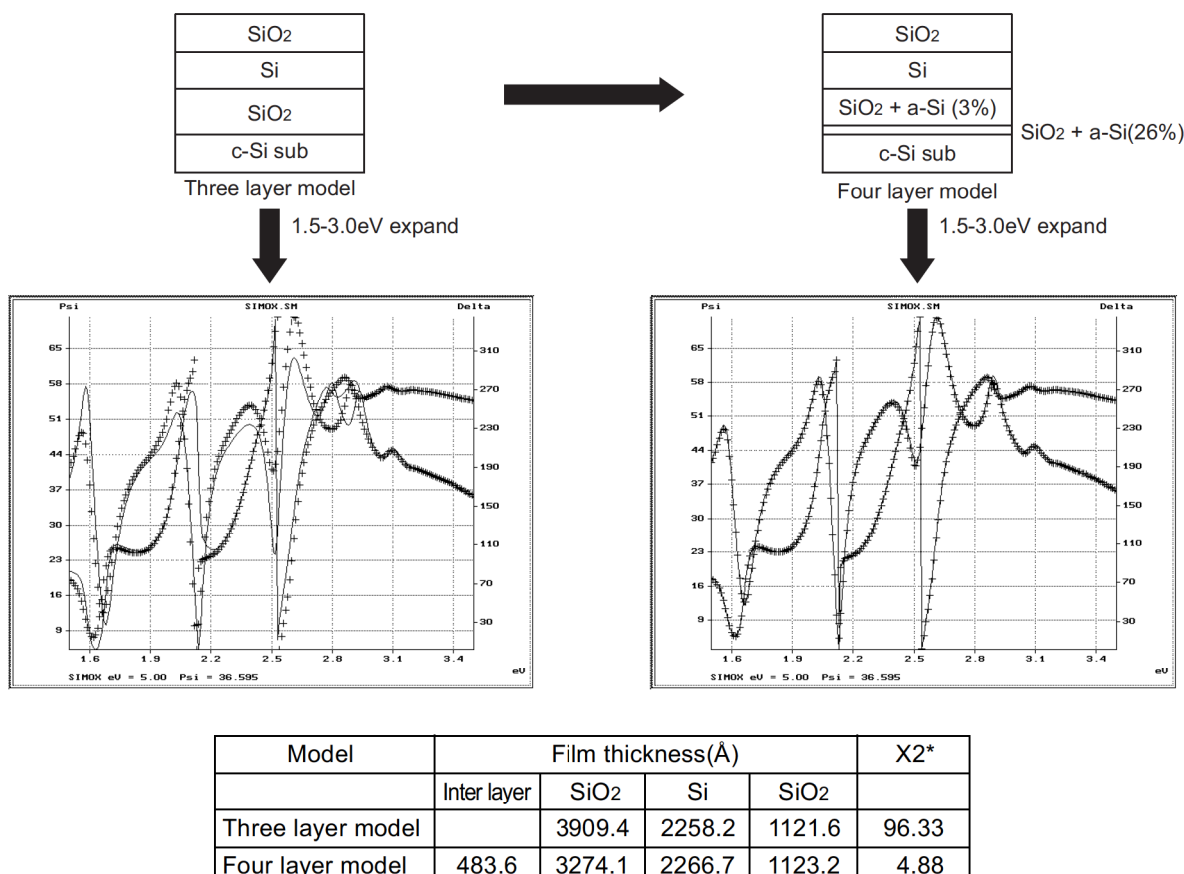


図1 多層膜解析例 (SIMOX)
Result of analyzing of a SIMOX multilayer

一般的に、短波長(高エネルギー)は表面粗さに敏感で、長波長(低エネルギー)では透過しやすいことから界面の情報が増える。この例では表面から2層目にSi層があり、3eV以上(400nm以下)の紫外光が透過しない。したがって界面の影響もスペクトルに反映されず、3層モデル、4層モデルとも3eV以上で変化はない。

以上のように、分光エリプソ法は基本的には数学的な処理に基づいているため、ときには、理解不能な結果が出ることもある。したがって、解析には物理的知見が不可欠である。

3 光学定数について

バルクのSiO₂(酸化膜)やSi₃N₄(窒化膜)では、光学定数がよく知られており、ハンドブック等で各波長の屈折率を数値で得ることができる³⁾。しかしながら、強誘電体やLow-k膜などの新材料、多結晶シリコン(p-Si: polycrystalline Silicon), SiO_x, SiONなどは、例外を除き数値データが存在しない。

このような場合に適用される解析法としては、大きく分けて、①屈折率が既知の二つの材料を混ぜ合わせる有効媒質近似法(EMA:Effective Medium Approximation)と、②屈折率を波長の関数とする分散式(Dispersion)を使用する二つの方法がある。

3.1 有効媒質近似法 (EMA)

代表的な例は多結晶シリコン(p-Si)である。結晶シリコン(c-Si: crystalline Silicon)と非結晶シリコン(a-Si: amorphous Silicon)の屈折率を混ぜ合わせることで、p-Siの屈折率を得ることができ、混晶比から結晶化率も判断できる。

表面層と空気を混ぜ合わせて、表面粗さ(ラフネス)を解析するのも代表例の一つである。

応用例として、携帯電話用途で着目されているSiGeの例を見てみよう(図2)。結晶シリコン(c-Si)と結晶ゲルマニウム(c-Ge)の間に、Ge濃度が異なるSiGeのスペクトルが存在する。(なお、ここでは虚数部の誘電率スペクトルで表示されている誘電率の二乗が屈折率)いくつかの異なるGe濃度のSiGe屈折率は公開されているので、それを混ぜ合わせることによって、Ge濃度を求めることができる。現在は解析技術の進歩によって、低Ge濃度のSiGeの解析もできるようになった。

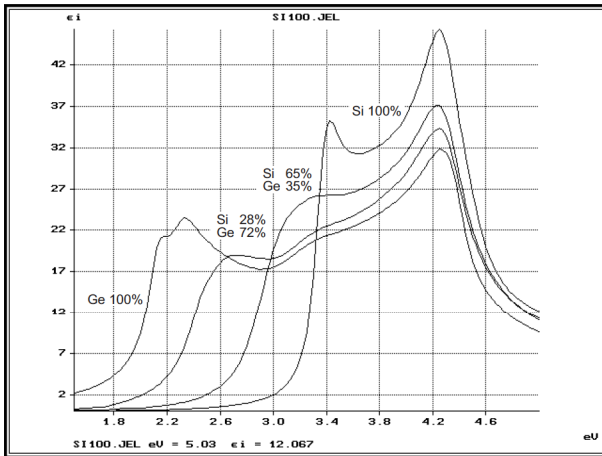


図2 SiGe 誘電率スペクトル (虚数部)
Dielectric constant of a SiGe thin film (imaginably)

割愛する), E_1 のエネルギーにあるピークのスペクトル幅 Γ_1 が小さいほど電子移動度が大きい。図からわかるように電子移動度が大きいということは、グレインサイズが大きいということ、グレインサイズが無限に大きくと結晶シリコン (c-Si) となる。

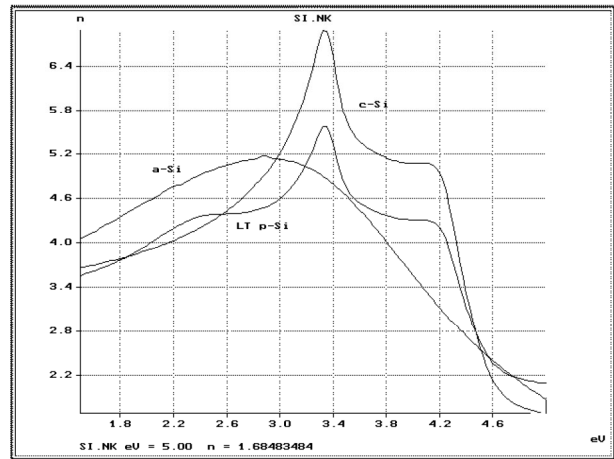


図3 低温ポリシリコン屈折率スペクトル (n)
Refractive index of a polycrystalline silicon thin film formed at low temperature

3.2 分散式 (Dispersion)

(1) n 次方程式

屈折率が波長とともに単純に変化する領域では、波長の n 次方程式が使用でき、代表的なものにコーシーの分散式 (Cauchy's dispersion formula) がある。この方法は、フィッティングが発散しやすい、ピークがあるような複雑な屈折率を表現できない、物理的な知見が得られない等の理由により、最近では使用されることは少ない。

(2) 振動子モデル (古典力学)

次に、振動子モデルで誘電率を表現する方法がある。虚数部がなければ透明、自由電子の項があれば導電性があるなど、直感的にわかりやすい。

フィッティングも収束しやすいが、逆に言うと、初期値のパラメータがあらかじめ絞込まれていないといけな。誘電率の波長分散の傾向は、まず絶縁体 (酸化膜等)、金属、半導体等大きなカテゴリごとに分けられる。さらに ITO などの透明電極等小さなカテゴリごとに、誘電率の傾向が細分化されていくので、新材料の場合はよく似た材料のパラメータを初期値として選ぶ。

(3) 振動子モデル (量子力学)

量子力学をベースとした振動子モデルで、振動子の重ね合わせによってかなりの種類の材料に応用可能である。このモデルでは、光学的バンドギャップが分散式中に内在しているといった特長を持つが、フィッティングが発散しやすいという欠点も持ち合わせる。なお、初期パラメータ値の選択方法は古典力学の場合と同様である。

(4) その他

その他、各々の材料ごとに分散式を作成することができる。化合物半導体がその代表例と言えよう。

ここでは高精細液晶用途の低温ポリシリコンの例をあげる⁴⁾。(図3、図4、表1) 誘電率の分散式に E_1 (eV), Γ_1 (eV) というパラメータが含まれていて (ここでは紙面の関係上

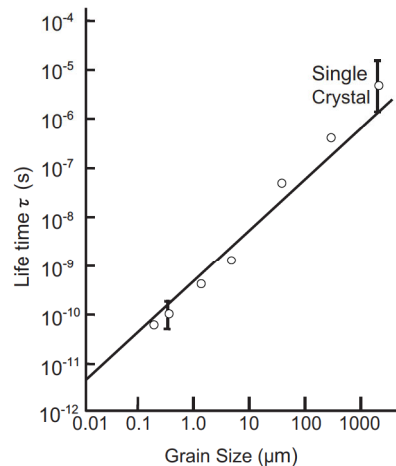


図4 Γ_1 , 移動度, ライフタイム, グレインサイズの関係
Relations between life time and grain size of a polycrystalline silicon thin film formed at low temperature

	E_1 (eV)	Γ_1 (eV)
Crystalline silicon (c-Si)	3.37	0.069
Polycrystalline silicon (p-Si:doped)	3.36	0.098
Polycrystalline silicon (p-Si:undoped)	3.49	0.319
Low temperature polycrystalline silicon (LT p-Si)	3.37	0.069

表1 各種構造シリコンの E_1 , Γ_1
 E_1 , Γ_1 of various a silicon monoxide thin film

4 薄膜解析の難しさ

偏光変化量は、屈折率と光が通る体積（膜厚xビーム径）の積に比例するので、ビーム径が一定とすると偏光変化量は次のようになる。

偏光変化量 ∝ 膜厚 (d) x 屈折率 (n, k) 超薄膜では、測定される偏光変化量が小さく、膜厚と屈折率の相互依存性も大きいので両者を分離して解析することが困難である。

ここで、シリコン (Si) 上の酸化膜 (SiO₂) について考えてみる。1000Å以上の膜厚であれば、膜質はバルクと同じとみなされ、バルクの屈折率が使用できる。このような厚膜では光干渉計が使用されることが多い。

1000Å以下の膜厚では、光学的波長の制限から通常の光干渉計を使用するのは難しい。100-1000Åの範囲では、SiO₂膜の構造がバルクとは異なり、屈折率も変化するが、その変化はエリプソの測定波長範囲を超えた高エネルギー側に限定されるので、エリプソが使用できる。通常この膜厚範囲では、単一波長エリプソメータが使用される。

100Å以下の膜厚、特に極薄膜と言われる10-20Åの酸化膜に至っては、数分子の厚さであり、バルクの物理定数である屈折率を議論すること自体がおかしいと言う人もいる。

品質管理では、目標とする膜厚に対するズレを見る。例えば管理値が±1%といった場合、1μmの目標膜厚に対し1%は100Åであり、1000Åの膜厚では10Åとなる。これからすると、10Åの1%がいかにか大変かわかる。

さらに酸化膜 (SiO₂) の屈折率を見て頂きたい (図5)。

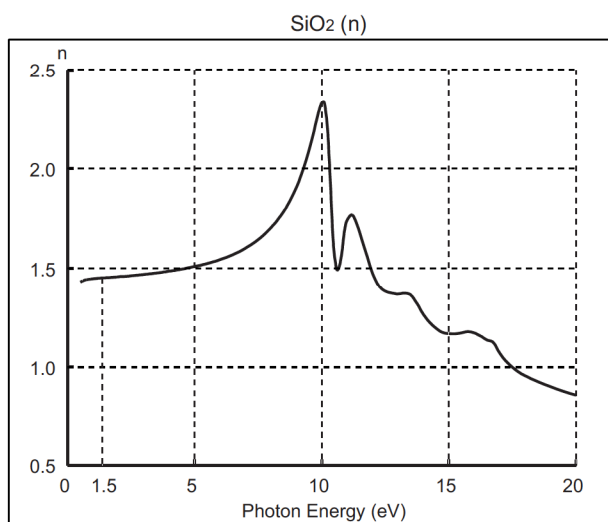


図5 SiO₂ 屈折率スペクトル (n)

Refractive index of a polycrystalline silicon thin film formed at low temperature

分光エリプソといっても通常5.0-1.5eV (又は6.5-1.5eV)の波長範囲を使うが、この波長範囲で絶縁体は屈折率の変化に乏しく、それだけ測定・解析が難しいことになる。

SIMOXはそれぞれの膜厚も厚く、屈折率の差がはっきりしているため、測定データとモデルの違いが表示した時に確認できるが、上述したような超薄膜ではχ²が解析の指針となる。

しかしながら、高精度測定と最新の解析手法を用いれば、困難とされていた超薄膜の評価も可能となる。

ここでは、酸化膜を4層で解析した例 (図6) とONO膜例 (図7) を記すに留めておく。酸化膜についていえば、NOガス、N₂Oガスの違いによる層構造の違いも検出可能である。

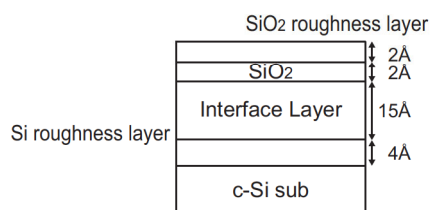


図6 酸化膜 (SiO₂) : 4層構造

Construction of a silicon monoxide thin film (four layer)

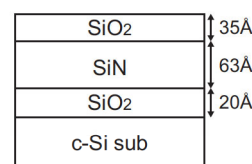


図7 ONO膜構造

Construction of a ONO thin film

5 おわりに

分光エリプソメータは、測定パラメータの多さのゆえに、高精度の膜厚計として機能するほか、様々な情報を得ることが可能である。その反面、解析を確かなものにするには、サンプルの性質を把握し適切な解析手法が必要となる。スループットを最大にするためには、ユーザーと共同で最適なレシピを作成することも必要になるであろう。

参考文献

- 1) エミル・ウォルフ, マックス・ボルン
光学の原理 (東海大学出版会)
- 2) R. M. A. AZZAM and N. M. BASHARA
ELLIPSOMETRY AND POLARIZED LIGHT
- 3) Edward D. Palik
Handbook of Optical Constants of Solids I & II
- 4) A. K. Ghosh, C. Fishman and T. Feng
JOURNAL OF APPLIED PHYSICS
Vol.51, P.446-454 (January, 1980)



平川誠一

Seiichi HIRAKAWA

愛宕物産株式会社 / ホリバグループ

半導体営業部

部長



Nataliya Nabatova GABAIN, PhD.

愛宕物産株式会社 / ホリバグループ

半導体営業部

ジョブリーダー



和才容子

Yoko WASAI

愛宕物産株式会社 / ホリバグループ

半導体営業部

アプリケーション エンジニア



飯田 裕

Hiroshi IIDA

愛宕物産株式会社 / ホリバグループ

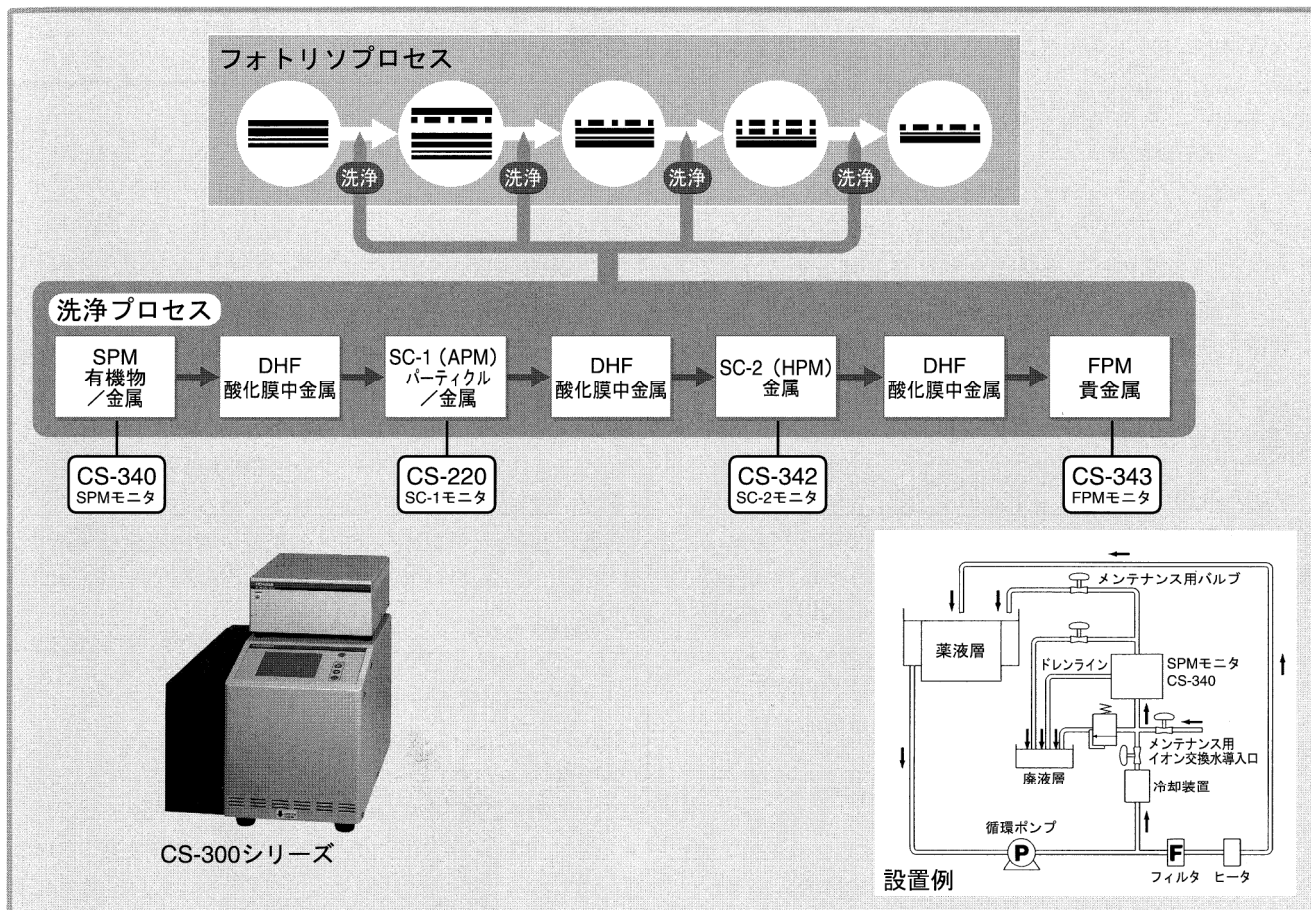
半導体営業部

アプリケーション エンジニア

半導体薬液濃度モニタ CS-300 シリーズ

High-precision Chemical Concentration Monitor CS-300 Series in the Semiconductor Cleaning Process

矢田 隆章



要旨

半導体洗浄プロセス用の薬液濃度モニタ CS-300 シリーズを開発・製品化した。本シリーズには、有機物除去用薬液を測定する硫酸過酸化水素水溶液 SPM モニタ CS-340、金属不純物除去用薬液を測定する塩酸過酸化水素水溶液 SC-2 モニタ CS-342、自然酸化膜中の金属不純物除去用薬液を測定するフッ酸過酸化水素水溶液 FPM モニタ CS-343 がラインアップされている。本シリーズは、すでに製品化済みのアンモニア過酸化水素水溶液を測定する SC-1 濃度モニタ CS-220 と合わせ、洗浄工程の厳密な管理に役立つものと期待されている。本稿では、測定原理、機器構成、そして高精度測定を実現した主な技術課題を紹介する。

Abstract

The CS-300 series chemical concentration monitors have been developed for use in the semiconductor cleaning process. Three models are available: 1) the CS-342, which are designed for monitoring SC-2 cleaning solution during the metal ion removal process, 2) the CS-340 which are designed for monitoring SPM cleaning solution during the metal ion and organic compounds removal process, and 3) the CS-343 which are designed for monitoring FPM cleaning solution during the metal ion and natural oxidation films removal process. By combining these three new monitors with Horiba's CS-220 ammonia hydrogen peroxide monitor, a customer can expect to achieve rigid management of the semiconductor cleaning process. The author discusses the monitors, including their measurement principles and components. In addition, the article discusses the difficulties that were overcome to achieve high-precision measurement.

1 はじめに

半導体プロセスにおける重要な工程の一つにウエハ洗浄がある。ウエハ洗浄の基本技術であるRCA洗浄の歴史は古く、Kernらによって約30年前に発表された¹⁾。それ以降、性能・コスト・環境などの断面から、さまざまな改善がなされてきた。当初は、洗浄条件を決定する時にだけ薬液濃度の測定が行われていた。しかし、近年は、洗浄工程の厳密な管理のために、薬液濃度はインラインで連続測定されるようになってきた²⁾。ホリバではRCA洗浄液を測定するSC-1濃度モニタCS-220を製品化して以来、約5年が経過した。当初の濃度変化をモニタするだけの用途から、濃度を一定に保つための洗浄機システムに組み込まれるケースが急増している。このような市場背景を受け、CS-300シリーズは、半導体プロセスがまさに日進月歩するなか、様々な要求や今までにない混合薬液の測定要求に対応できる仕様を目指した。

2 測定原理

ウエハ洗浄に使用される薬液の濃度は、1成分の場合には比較的簡単に測定が可能である。しかし、SC-1のような複数の成分からなる混合溶液となると、それぞれの成分が干渉しあうため、個々の成分ごとに分離して測定することが難しい。CS-300シリーズが採用している測定方法は、基本的には吸収分光分析であり、いくつかの波長の吸光度を多変量解析することで、個々の薬液成分の濃度を導き出している³⁾。

2.1 吸光度

光を水や薬液に照射すると、物質の種類や構造に依存した固有の波長で吸収が起こり、その度合いは吸光度(Absorbance)で表す。波長 λ の吸光度 $A(\lambda)$ は、ランバート・ベールの法則(Lambert Beer's Law)に基づき、(1)式で表すことができる。

$$A(\lambda) = \text{Log}(I_0(\lambda)/I(\lambda)) = \alpha(\lambda) \cdot \ell \cdot c \quad \dots\dots (1)$$

ここで、 $I_0(\lambda)$ は入射光量、 $I(\lambda)$ は薬液通過後の光量、 ℓ は測定セルの厚さ、 c は薬液の濃度である。比例係数 $\alpha(\lambda)$ は、分子吸光係数と呼ばれる物質固有の値で、混合溶液の波長特性そのものである。したがって、各波長ごとの吸光度を測定し、解析すると薬液の濃度がわかる。

2.2 多変量解析法

混合溶液の測定から得られた一群の吸光度データから、成分ごとの濃度を導き出す手法としては多変量解析法が用いられる。多変量解析法の中でも、とくに化学的な成分量(濃度)を求める時には、主成分回帰法(Principal Component Regression:PCR)あるいは部分最少二乗回帰法(Partial Least Square Regression:PLSR)という方法が用いられる。CS-300

シリーズでは、計算精度が良いPLSRを使用し、ある組成範囲の組み合わせのデータをあらかじめ採取しておき、その中から薬液成分ごとの特徴的なデータ変化を解析することにより、濃度を求めている。また、薬液の吸収スペクトルは温度の影響を受けるため、CS-300シリーズでは、温度による影響も考慮した温度補償型多変量解析法³⁾を採用し、温度影響の少ない測定を実現した。

3 装置の構成と安全対策

CS-300シリーズは、多様な半導体の製造ラインに直結し、安全で高精度の計測をするために、装置の構成や機構に工夫を施している。

3.1 装置構成

CS-300シリーズは、分析部と電源部より構成される(図1)。反応性の高い薬液を分析部に導入するため、AC100V電源部を分析部と分離し、安全性を高めている。また、薬液のサンプリング部を光学系と分離することで、光学部品の腐食性ガスによる劣化を防いでいる。光源はハロゲンランプを、分光器は300本/mmの回折格子を使ったツェルニ・ターナ型⁴⁾を採用した。図2にCS-300シリーズの光学系を示す。

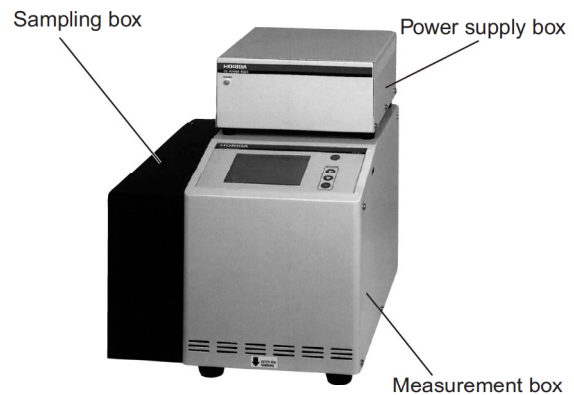


図1 半導体薬液濃度モニタ CS-300 シリーズ
High-precision Chemical Concentration Monitor CS-300 Series

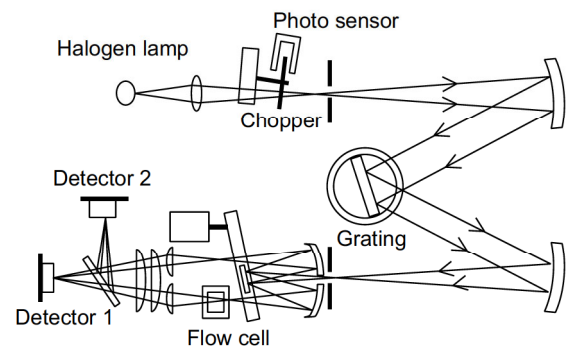


図2 CS-300シリーズの光学系
CS-300 series optical system

3.2 対象薬液の範囲拡大

分光スペクトル解析方式による薬液モニタの測定精度は分光器の性能によって左右される。とくに回折格子の位置精度が重要である。CS-300シリーズは、超高性能モータを使用し、回折格子を直結し、回転させることにより、近紫外から近赤外の広い波長範囲を高精度で制御できる。これにより、薬液の種類に応じて、最適な波長を選択する範囲が広がり、RCA洗浄薬液以外の新しい薬液濃度測定に対応できる構成にした。

3.3 安全対策

電気的安全性と化学的安全性を確保するため、以下のような対策を行っている。

- ① 分析部はDC 24V 以下で動作し感電の危険性をなくす。
- ② 液漏れセンサを内蔵し、ドレン接続継手を準備。
- ③ 分光部をサンプリング部分と分離し、かつパージできる構造とし、薬液の漏洩、蒸散による腐蝕を防ぐ。

4 測定精度の向上

CS-300シリーズは、高精度で信頼性の高いデータを得るために、ソフト面も充実させている。

4.1 スペクトル補正

2.2項で述べたように、実測される物理量は波長ごとの吸光度（吸光度スペクトル）である。しかし、この吸光度スペクトルには、装置のハードに起因する若干の誤差が含まれることは避けられない。従来は、この機差を補正するために、既知濃度の標準薬液を使って装置1台ごとに校正係数を決定していたが、多くの時間と労力が必要であった。そこで、発想を逆転させ、校正係数を固定し、同じサンプルを測定した時、吸光度スペクトルが基準スペクトルと同じになるように、ハード・ソフト両面から合わせ込む方法をとった。図3にスペクトル補正の概念を示す。

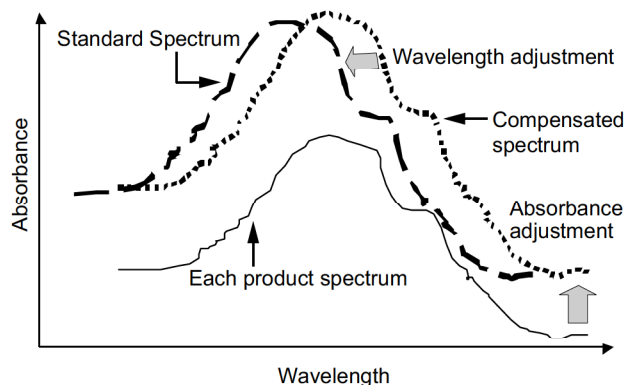


図3 スペクトル補正の概念
Concept of the spectrum compensation

4.2 トレーサビリティ

薬液濃度モニタは、滴定分析法を基準としてトレーサビリティを確保している。洗浄用薬液は、混合すると反応し濃度変化が早くなるため、従来、校正作業は速やかに行う必要があった。4.1項で述べたスペクトル補正が確立したため、薬液での校正は単成分で可能となり、混合することによる誤差が減少した。トレーサビリティは、滴定分析法で濃度を求めた単成分薬液を、各目的濃度になるよう質量比で調合し、測定結果を比較することで確保している。図4に滴定濃度とCS-343による実測値の関係を示す。

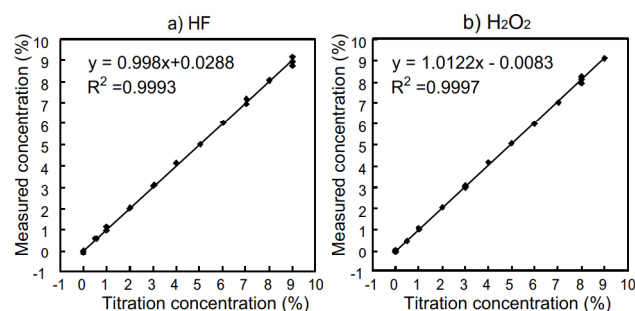


図4 滴定濃度と実測濃度の関係 (CS-343)

Correlation between titration concentration and measured concentration

5 実装事例

図5に洗浄プロセスへのCS-300シリーズの設置例を、図6にSPM薬液を常温から高温にした時の測定結果を示す。

最近、濃度モニタの測定結果をフィードバックして薬液を自動的に補充し、濃度を一定に保つニーズが増えている。最適なフィードバック制御をするためには、濃度モニタの応答速度を把握しなければならない。事例としてCS-342の応答速度を図7に示す。

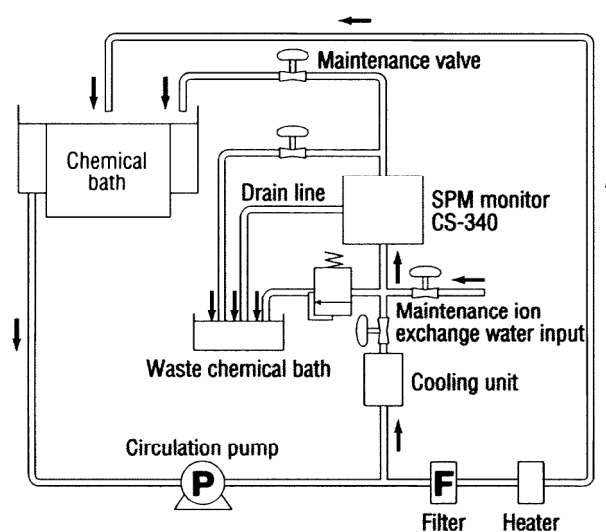


図5 薬液槽へのCS-340の設置例
Installation example of CS-340 to the chemical bath

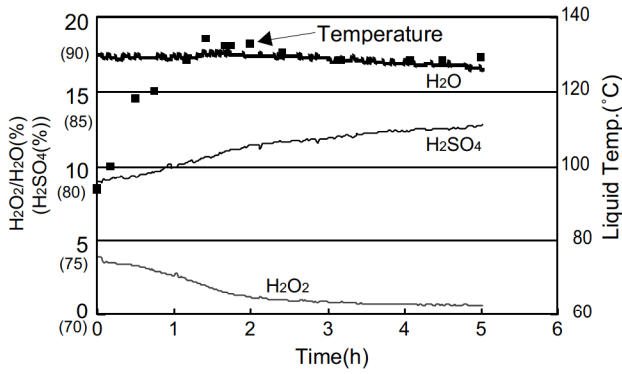


図6 SPMの測定例
Example of monitoring SPM

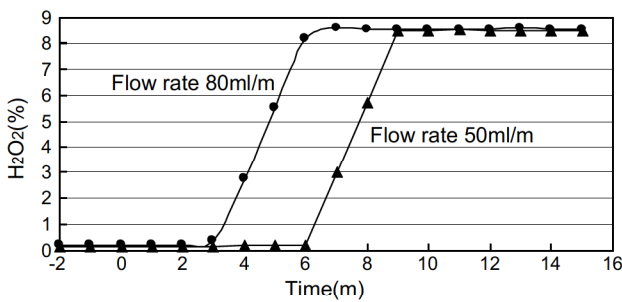


図7 CS-342の応答速度例
CS-342 Response speed

参考文献

- 1) 三野俊作
非水系洗浄システム, 第2 階環境技術セミナーテキスト
環境技術フォーラム
P.19 (1992.11 東京)
- 2) 廣藤裕一, 大西照人
「半導体プロセスにおける薬液濃度管理」
Readout No.13, P.31 (1996.8)
- 3) 井上克, 横山一成
「近赤外線吸収法を用いた半導体洗浄プロセス用薬液
濃度モニタ」
Readout No.10, P.99 (1995.3)
- 4) j.Reader, j.Opt.Soc.Am., 59, 1189-1196 (1969)



矢田 隆章
Takaaki YADA
半導体システム開発部

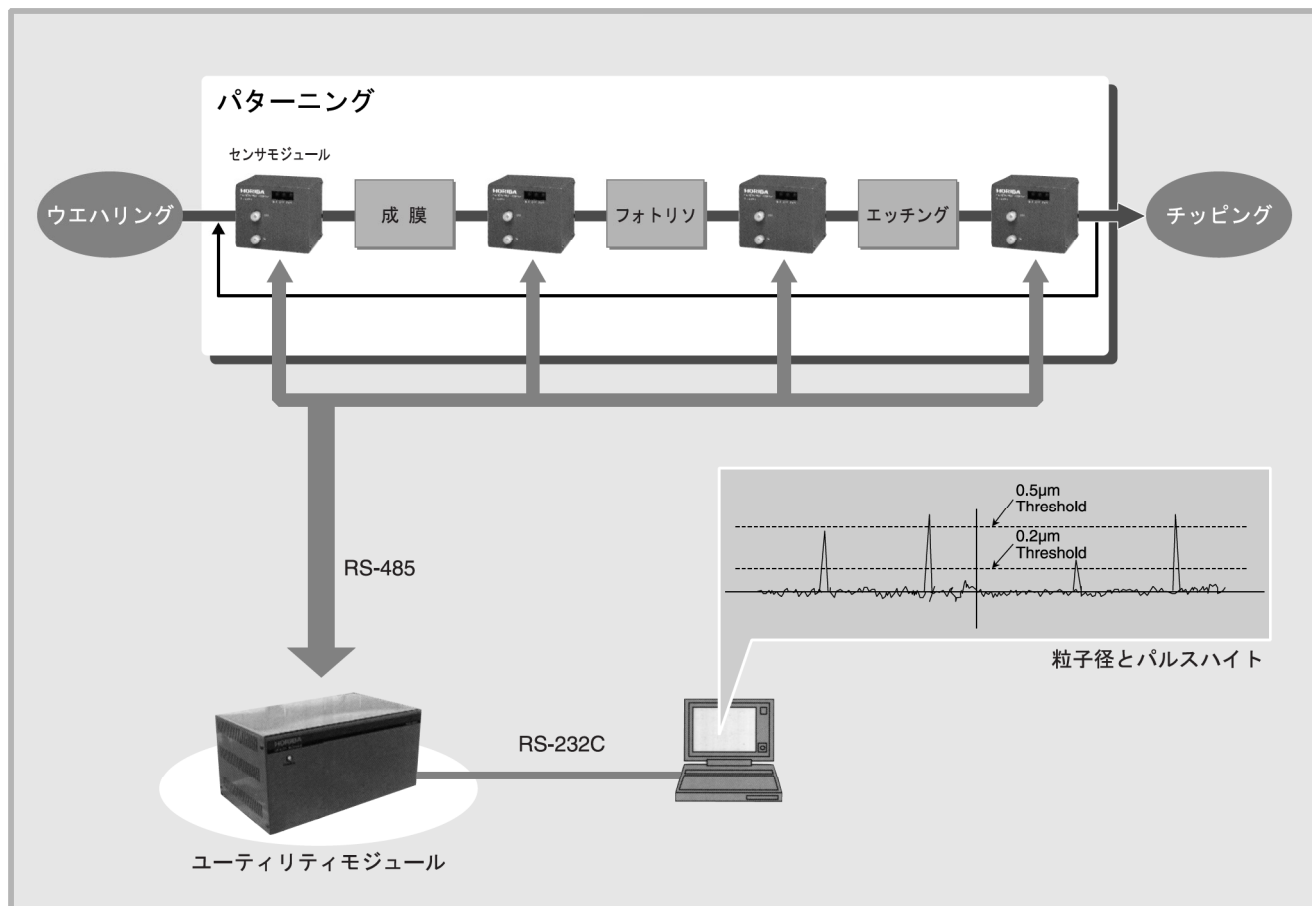
6 おわりに

半導体プロセスの生産性向上を目指して、ウエット洗浄も、マルチバス・枚葉・ワンバス方式と用途に合わせた最適化が進んでいる。また、デバイスの高集積化や新材料・新プロセスに対応するウエット洗浄が今後の洗浄技術に重要となってくる。そうした背景の中で、今回開発した薬液濃度モニタ CS-300 シリーズは、対象薬液の範囲拡大を視野にいた設計となっているため、新しいウエット洗浄の要求に応えられる可能性が大きい。薬液濃度モニタ CS-300 シリーズが、デバイスの低価格化、環境負荷を軽減する一助となれることを期待している。

薬液用インラインパーティクルセンサ PLCA-800 シリーズ

Inline Particle Sensor for Chemical Solutions PLCA-800 Series

湯原 義公



要旨

半導体製造プロセスにおける薬液用インラインパーティクルセンサ PLCA-800 シリーズを製品化した。PLCA-800 シリーズは、センサ部、信号処理部、制御部とをそれぞれモジュール化し、最大10カ所のインライン測定が可能なコンパクトな設計となっている。さらに、発泡性の薬液も安定して測定できるように、脱泡機能や冷却機能を備えたサンプリングユニットをオプションとし、多様なニーズに即応できる。本稿では、開発の背景、優れた性能の実現方法、特長、そして用途について紹介する。

Abstract

The PLCA-800 series inline particle sensors for chemical solutions feature a compact design which permits inline measurement at up to 10 locations. The sensor, signal processing element, and control unit are each contained in a separate module. An optional sampling unit provides deaerating and cooling to assure stable measurement of chemical solutions to meet a variety of practical needs. This article discusses the development of the product, its features and uses, and recommends techniques to achieve superior performance.

1 はじめに

近年、半導体デバイスの高集積化・超微細化およびシステム化が一段と進む中で、製造プロセスでの歩留り向上がより強く望まれている。とくに、洗浄工程で使われる超純水や薬液類の中に含まれている微粒子数の厳密な管理が不可欠となっている。また、半導体デバイスと同様に、液晶フラットパネルの製造プロセスにおいても微粒子管理が必要不可欠となっている。

従来、液体中の微粒子の評価は、試験用に鏡面ウエハをプロセスに取り込み、このウエハで異物検査装置を用いて行われていた。しかしこの手法は、煩雑でリアルタイム性に欠け、熟練を要し、さらに多大のコストが必要になるといった問題があり、高精度で再現性の良いインライン液体パーティクルセンサが求められていた。

ホリバは1986年にレーザ散乱法を測定原理とした超純水用パーティクルカウンタPLCA-310を製品化、さらに、1989年には薬液用パーティクルカウンタPLCA-700を発売し、数多くの実績と経験を蓄積してきた。このたび、これら豊富な実績に基づき、新たに最少可測粒径 $0.1\ \mu\text{m}$ 感度を持ち、最大10カ所のラインを同時に監視できる薬液用インライン専用パーティクルセンサPLCA-800シリーズを開発した。

2 開発の背景

半導体プロセスの高度化にともない、そこで使われるパーティクルカウンタへの要求はますます多様化し、かつ厳しくなっている。

ニーズの一つは、インライン化である。半導体デバイスの集積度と生産の歩留まり向上が徹底的に追求される中、純水や薬液中の微粒子数を確実に管理するためには、製造ラインに組み込めるものでなければならない。そのためには、小型化は必須条件であり、コストも安くなければならない。さらに、各ラインでの要請に適合し、メンテナンスも容易でなければならない。当然、より微小粒子が確実に検出できる高感度なものが大前提となってくる。そこでPLCA-800シリーズでは、機器をモジュール化し、様々なニーズに応じてモジュールを組み合わせることを開発の基本コンセプトとした。

3 機器構成

PLCA-800は、センサ部(センサモジュール)、電源供給部(ユーティリティモジュール)、パーソナルコンピュータ制御部(マスタモジュール)の3つのモジュールから構成される。

センサとユーティリティモジュール間はRS-485で、ユーティリティとマスタモジュール間はRS-232Cケーブルで接続される。これにより、センサモジュールをラインに組み込み、ユーティリティとマスタモジュールはそれぞれ別の場所に設置することができる。したがって、オペレータが現場へ行って制御する必要はない。また、ユーティリティモジュールはマルチドロップ方式を採用し、最大10台のセンサモジュールを一度に接続できる。これによって、複数のセンサモジュールを1台のユーティリティ、マスタモジュールで計測制御することができ、コスト削減にも有効である。図1にPLCA-800のシステム構成の一例を示す。

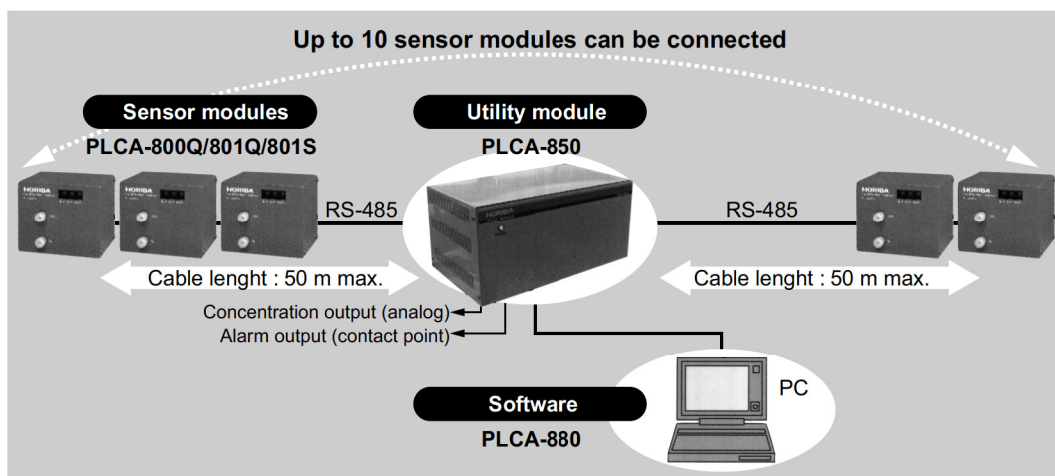


図1 薬液用インラインパーティクルセンサ
PLCA-800 シリーズ

Inline Particle Sensor for Chemical Solutions PLCA-800 Series

(1) センサモジュール

センサモジュールは、半導体製造ラインの配管から直接サンプリングし、微粒子を検出、カウントするユニットである。センサモジュールは、測定する試料によって型式が分けられ、純水・薬液用で最小可測粒径が0.1 μmのPLCA-801Qと0.2 μmのPLCA-800Q、およびフッ酸用で0.1 μmのPLCA-801Sとがシリーズ化されている。センサモジュールの仕様一覧を表1に示す。

(2) ユーティリティモジュール

ユーティリティモジュールは、センサモジュールへの電源の供給、およびセンサ信号をマスタモジュールへ中継するユニットである。また、粒子数に相当するアナログ出力やの異常発生時の警報用接点出力を取り出すこともできる。なお、ユーティリティモジュールは、これらの外部信号の取り出し方により2機種(PLCA-850UD, PLCA-850UA)が準備されている。表2にユーティリティモジュールの仕様を示す。

(3) マスタモジュール

マスタモジュールは、パーソナルコンピュータからセンサモジュールを制御するソフトウェアのことである。測定開始・中止の指令と警報値の設定を行う以外に、測定結果のトレンドをグラフ表示によりプロセスの状態を一目で把握することができる。また、測定データは、TXT形式で自動的に保存され、必要な時にいつでも確認することができる。表3にソフトウェアPLCA-880の仕様を示す。

	Standard type with quartz glass cells	Quartz glass cells with particle resolution of 0.1 μm	Sapphire glass cell with particle resolution of 0.1 μm
	PLCA-800Q	PLCA-810Q	PLCA-801S
Method of measurement	Laser scattering (90°scattering)		
Applicable samples	Particles in chemical solutions and pure water		Hydrofluoric acid (HF)
Cell material	Quartz glass		Sapphire glass
Sample temperature	15 to 35°		
Particle size	0.2 μm min.	0.1 μm min.	0.1 μm min.
Threshold	2 channels [0.2][0.5]	2 channels [0.1][0.2]	2 channels [0.1][0.2]
Measurable volume	1.80 mL/min	0.22 mL/min	
Sample flow rate	20 mL/min±2 mL		
Sample pressure	0.05 MPa to 0.15 MPa		

表1 センサモジュール PLCA-800Q, PLCA-801S の仕様
Sensor module PLCA-800Q, PLCA-801S specifications

	PLCA-850UD	PLCA-850UA
No. of sensors	10 max.	
Sensor interface	RS-485×2 ports (50 m max. per port)	
Computer interface	RS-232×1 port (10 m max.)	
Alarm output 2 per channel (4 per sensor)	For 5 sensors (20 points)	For 10 sensors (40 points)
Analog output(4 to 20 mA) 1per channel(2 per sensor)	None	For 10 sensors (20 points)
Alarm output specification	FET open drain Maximum voltage 24 V DC, maximum current 20 mA DC	

表2 ユーティリティモジュール PLCA-850UD, PLCA-850UA の仕様
Utility module PLCA-850UD, PLCA-850UA specifications

	PLCA-880
OS	Windows NT Workstation 4.0 (English)
Computer requirements	133 MHz CPU or better, 48 MB RAM, 1 GB hard disk, and equipped with an RS-232C port

表3 ソフトウェア PLCA-880 の仕様
Software PLCA-880 specifications

4 測定原理

PLCA-800の測定原理にはレーザー側方散乱法(90°)を採用している。試料を一定の流量で流すフローセルにレーザービームを照射し、液中の微粒子とレーザー光が交差する時に、散乱光が放出される。散乱光の強度は粒子径に依存するため、この強度を測定することにより微粒子の大きさが得られる。微粒子がレーザービームを通過する度にパルス状の散乱光が発生する。

図2は、粒子が流れてきた時に得られるパルスを模式的に示したものである。この図からわかるように、パルスの高さは粒子径に依存し、径が大きければ高いパルスが得られる。この特性を利用することで、あらかじめ粒子径の大きさに応じてしきい値を設定しておき、このしきい値を超えたパルスをカウントする。

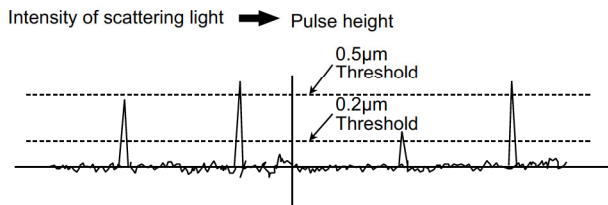


図2 電圧パルスとしきい値
Relation of pulseheight and threshold

5 高感度化

図3は、ポリスチレンラテックス粒子が純水中に存在していると仮定したときに得られる散乱光強度のシミュレーション結果を示す。これから、粒子径が小さくなるほど得られるパルスも小さくなり、パルスとノイズとの分離が困難になってくる。したがって、高感度を計るためには、ノイズとパルスを明確に分離できる高性能な光学系と信号処理が必要となる。

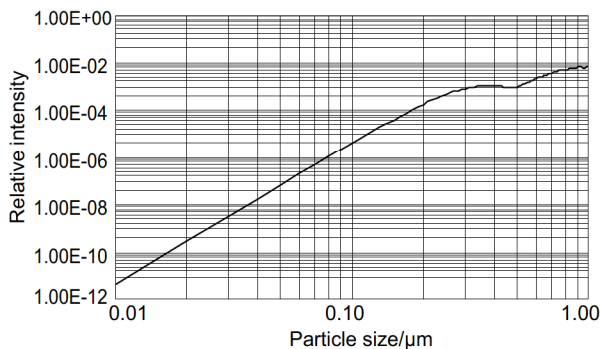


図3 純水中のポリスチレンラテックス粒子からの
相対散乱光強度計算値
Calculated relative scattering light intensity scattered by the polystyrenelatex particle in the pure water

5.1 光学系

図4にPLCA-800シリーズのセンサモジュールの光学系ブロック図を示す。

半導体レーザー(LD)から射出されたレーザー光は、コリメータレンズにより平行光にされた後、集光レンズを透過してフローセル中で焦点を結ぶ。微粒子がセルを通過すると、微粒子によりレーザー光が散乱される。これを入射方向から90°の位置に配置された受光レンズ系で集光し、検出器の受光面上に結像させる。検出感度を高くするためには、
(1) 散乱光の受光立体角を極力大きくとる
(2) 光源の出力を上げる
(3) 光電変換効率が高くかつ高速応答性の検出器を用いることがポイントである。さらに、これらの要因と光学系的小型化との最適化が実設計では重要となる。

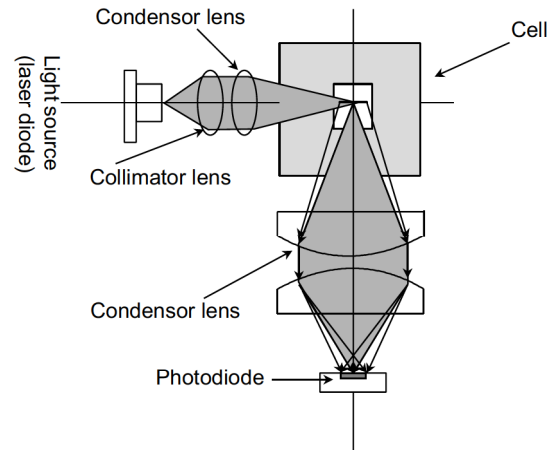


図4 PLCA-801 光学系
PLCA-801 Optical system diagram

5.2 信号処理

散乱光パルスを受光した検出器からの光電流は、検出回路でI-V変換され電圧パルスとして増幅された後、コンパレータへ送られる。ここで比較弁別されたパルスは、CPUにてあらかじめ設定された時間内で積算される。このデータは、RS-485ケーブルを介してマスタモジュールへシリアル通信される。なおセンサモジュールには、LDや光学系の状態を監視し、万一異常が起きた場合には、迅速にユーティリティ、マスタモジュールへ通知する自己監視機能を搭載している。

5.3 サンプリグ系

PLCA-800は純水、薬液の循環、供給ラインの配管系から一部を分流してサンプリグする(図5)。

サンプルが超純水のように元来微粒子が非常に少ない場合には、測定結果にバラツキが顕著になってくる。このようなランダムに飛来する微粒子をカウントする場合には、測定時間を長くとりカウント数を増やすことによって、バラツキを小さくすることができる。また、薬液循環用ポンプの脈動による流量変動が生じないように、サンプリグポイントにダンパを設けることも有効である。

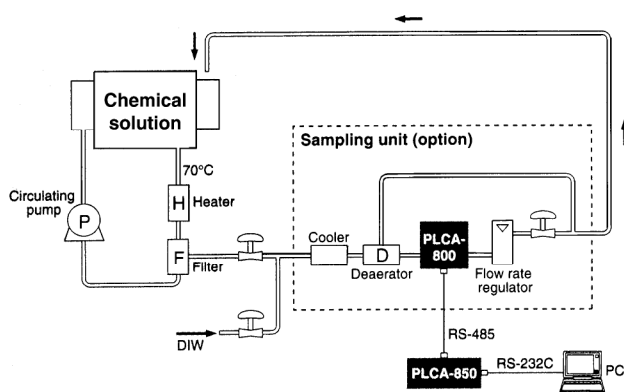


図5 洗浄機フロー図
Flow diagram of wet-station

6 発泡性薬液の測定

6.1 気泡の発生

発泡性の強い薬液を測定しようとする、配管途中やセル中で小さな気泡が発生する場合がある。長い配管中を流れてくる間に小さな気泡が成長し、やがて、図6に示すような液相と気相を形成する。このような気泡がセンサに導入されると、泡が微粒子と判断され誤検出を生じさせる。とくに高温の薬液の場合には、気泡が発生しやすく注意が必要となる。

気泡の発生を阻止するためには、試料の温度を下げ、圧力を加えることが効果的である。温度を下げ加圧すると、ガスの液体に対する溶解度が上がり、気泡の発生を防ぐことができる。

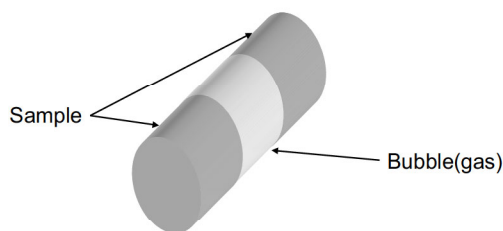


図6 配管中に発生した気泡(気相)
Generated bubble in tube

6.2 サンプリグユニット

PLCA800シリーズでは、インライン測定における気泡発生の抑制を目的としたサンプリグユニット PLCA-SP-2をオプションとして用意している(図5)。

PLCA-SP-2は、試料が流れる配管をファンで冷却する冷却部、大きな気泡(気相)を除去する脱泡部、流量調整部、およびセンサモジュールとの組み合わせで構成されている。また常温のみの測定であっても、気泡の発生しやすい薬液などの測定もあり得ると想定して、脱泡部と加圧効果を持つ流量調整部を組み込んだ常温サンプル用(PLCA-SP-1)も用意している。

これら豊富なオプションから、それぞれのラインの特性に応じて、最適なインラインパーティクルセンシングシステムを構築する。

7 特長と主な用途

PLCA-800 シリーズは次の特長を有している。

- コンパクトな設計
センサモジュールは 105mm(W)×88mm(H)×89mm(D)、約2kgと非常に小型・軽量化されており、インライン計測に最適。
- 最小可測粒径 0.1 μm の高感度
光学系の最適化設計により最小粒径 0.1 μm まで計測可能。
- 設置コストの削減
最大10台のセンサモジュールを1台のマスターモジュールとユーティリティモジュールでコントロールできるため、設置コストを大幅に削減し、プロセスのリアルタイム管理が可能。
- 豊富な機種をラインアップ
各プロセスの特性に合わせ、最小可測粒径(0.2 μm , 0.1 μm)や測定セルの材質(石英, サファイア)を選択できるように、機種をラインアップ。
- 発泡性薬液も安定に測定
冷却, 脱泡, 流量調整などの機能とセンサモジュールとを一体化したサンプリグユニット(オプション)により、常温から高温まで各種の薬液を気泡の影響を受けずに計測可能。

PLCA-800 シリーズは、半導体プロセスにおける薬液用インラインパーティクルセンサとして、次のようなプロセスで使われている。

- ① ウエハウェット洗浄工程での洗浄液管理
- ② 超純水製造装置、供給装置の超純水管理
- ③ 薬液供給装置での薬液管理
- ④ CMP 後洗浄工程での洗浄効果確認・管理
- ⑤ 液晶基板洗浄工程での洗浄管理(最終洗浄槽)

8 おわりに

薬液用パーティクルセンサPLCA-800シリーズの開発背景と技術ポイントを紹介した。半導体デバイスおよびLCDパネルの製造プロセスにおけるパーティクル管理はますますその重要性が増加しており、パーティクルセンサのさらなる多様化・高性能化が求められている。

徹底した小型・軽量化とモジュール化を実現したPLCA-800シリーズは、お客様の多様なニーズにお応えできるものと期待している。と同時に、より一層の性能向上、表示・解析ソフトの充実等、メーカーとしてさらなる努力と挑戦を重ね、お客様のお役に立ちたいと念じている。



湯原 義公

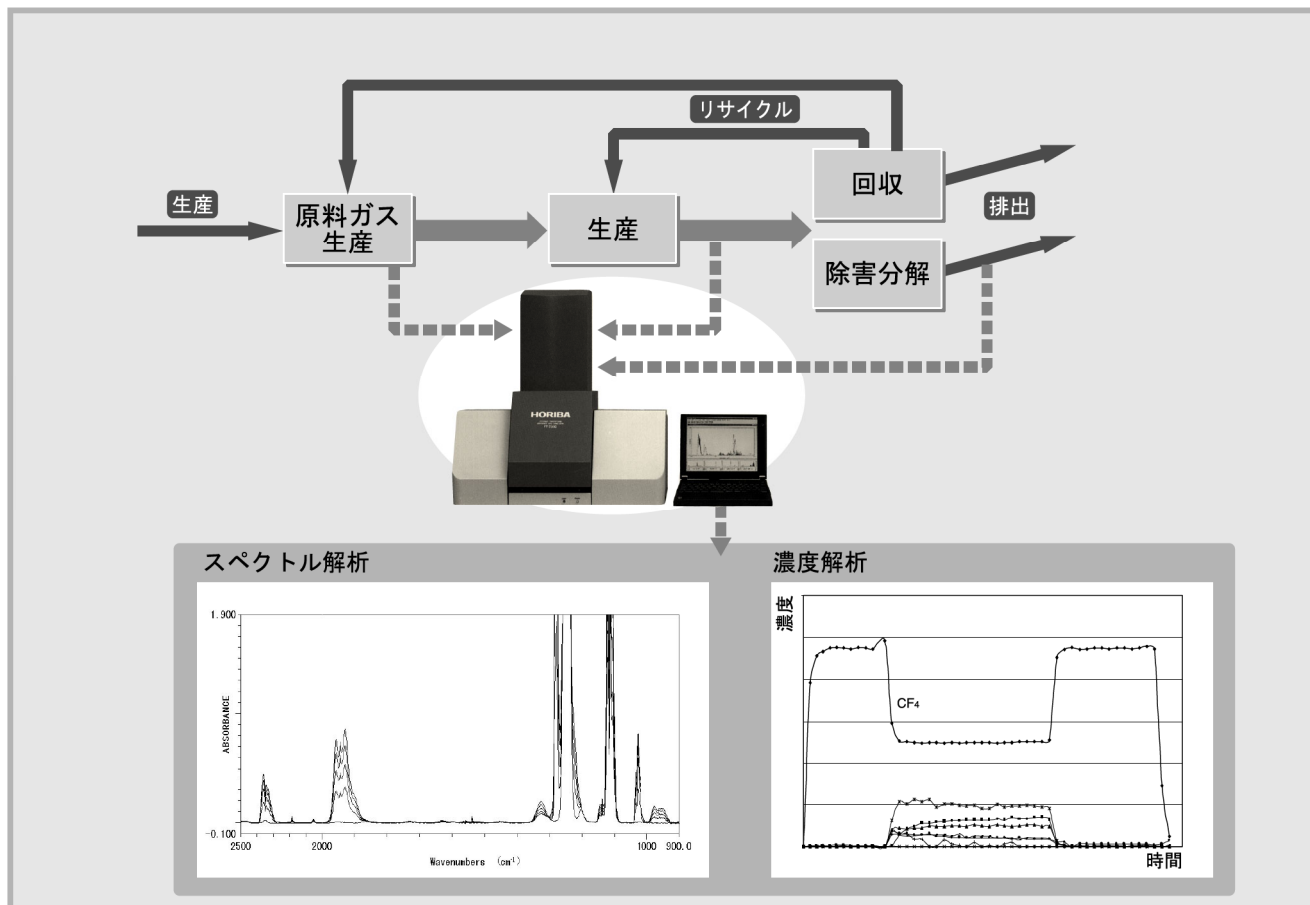
Yoshihito YUHARA

半導体システム開発部

PFCs 濃度モニタ FT-730G

The FT-730G PFCs Concentration Monitor

佐竹 司



要旨

半導体生産プロセスに使用されているPFCs (Perfluorocompounds) は、地球温暖化の促進物質として注目され、大気中への排出量を削減しようとする活動が世界的に取り組まれている。フーリエ変換赤外線分光法によるPFCs濃度モニタFT-730Gは、ドライエッチングやプラズマCVD装置から排出されるPFCsを高感度でリアルタイムに計測できる。本稿では、半導体生産プロセスにおけるいくつかの実測例と、今後の可能性についても述べる。

Abstract

To help in the effort to reduce global warming gases from industrial emissions, the semiconductor manufacturing industry is taking active steps to reduce the emission of perfluorocompounds (PFCs) into the atmosphere. To address this requirement, Horiba has developed the FT-730G PFCs concentration monitor. The FT-730G uses the FTIR technique to achieve a highly-sensitive, continuous, and multicomponent analysis of PFCs emissions. This article features application data from the FT-730G and discusses future work on PFCs monitoring.

1 はじめに

地球の温暖化防止に対して、世界規模での取り組みが始まっている。国際連合の活動テーマにある気候変動に関係して、半導体業界においては、PFCs排出量削減が世界半導体会議(WSC: World Semiconductor Council)のESHタスクフォースの具体的なテーマに掲げられ活動が開始された。1997年の地球温暖化防止京都会議(COP3)で対象ガス種にPFCsが追加されたとともに、半導体業界ではLSI製造工程のうち、主にドライエッチングの反応ガスおよびプラズマCVDのクリーニングに使用されるPFCsを対象として削減活動が始まった。半導体業界における数値目標は、日本では1995年をベースとして、2010年までに10%削減とされており、日本電子機械工業会(EIAJ)の取りまとめにより、国家プロジェクトが発足し、多面的な活動がなされている¹⁾。

ホリバでは、削減活動を計測の断面からサポートするために、フーリエ変換赤外線分光光度計をベースとしたPFCs濃度モニタFT-730G(図1)を市場に提供するとともに、半導体業界内における測定手法の検討委員会にも参加して、ハードウェアおよびソフトウェアの両側面からの対応をしている。

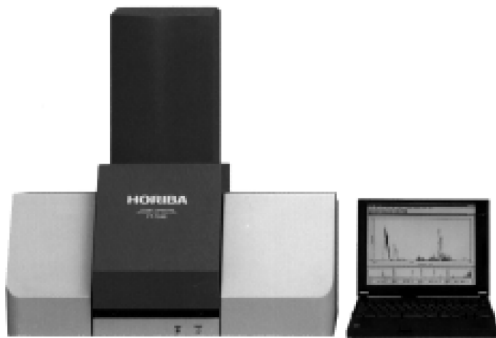


図1 PFCs濃度モニタ FT-730G
The FT-730G PFCs Concentration Monitor

2 測定対象

PFCsは、炭化水素を構成する分子の水素原子の一部または全部がフッ素に置換された分子の総称をいう。半導体製造プロセスで使用されるPFCsの特性を表1に示す。SF₆、NF₃、CO₂もあわせて示す。いずれも、大気中に放出されてからの寿命が長く、地球温暖化係数(GWP: Global Warming Potential)が大きい。概していえば、PFCsはCO₂に比べて、GWPが3桁から4桁も大きく、大気中に微量が存在しても温暖化を促進することが容易に推察される。

Gas	Global warming potential (GWP)	Life (year)	Application
CF ₄	6500	50000	Dry etching
C ₂ F ₆	9200	10000	CVD chamber cleaning Dry etching
C ₃ F ₈	7000	2600	Dry etching
C ₄ F ₈	8700	3200	Dry etching
C ₅ F ₈	90	0.98	Dry etching
CHF ₃	11700	264	Dry etching
SF ₆	23900	3200	Dry etching
NF ₃	8000	700	CVD chamber cleaning
CO ₂	1	50~200	Reference

表1 半導体製造用PFCs一覧
PFCs for semiconductor manufacturing

3 半導体プロセスと計測ニーズ

半導体プロセスにおけるPFCs計測は、起点のガス原料生産から終点の排出までが対象になる(図2)。原料生産では、ガスシリンダー内の不純物管理に用いられている。半導体生産では、様々な工程が存在するが、PFCsは主にドライエッチングおよびプラズマCVDで使用されている。また、排出ガスの一部を回収装置によりリサイクルされる研究も進められており、今後PFCs計測のニーズはさらに多様化すると思われる。

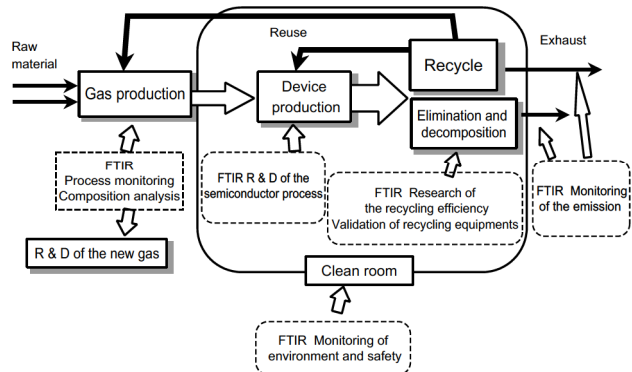


図2 半導体生産と分析ニーズ
Overview for analysis points in semiconductor manufacturing

4 測定器仕様

ドライエッチング装置やCVD装置に投入されたPFCsは、プラズマ状態で励起され、共存するガスや半導体デバイスの基材と反応を起こすために、様々なガス種に変化し排出される。連続同時多成分分析を得意とするFTIRによれば、赤外吸収のない単原子分子(F₂など)は検出されないが、排出されるガス種のほとんどを計測することが可能となる。FT-730Gにおいては、計測可能な濃度範囲を幅広く対応するために、多種類の光路長を持つガスセルをラインナップし、お客様の用途に応じて最適化を図っている。FT-730Gの主な仕様を表2に示す。

読者各位様

Readout 編集部

本誌 (Readout No.21) 掲載の特集論文「PFCs 濃度モニタ FT-730G」に誤植がありました。
深くお詫びして、訂正申し上げます。

1. 42 ページ左側段落 下から 6 行目

<誤り>

「半導体製造プロセスで使用される PFCs の特性を表 2 に示す。」

<訂正>

「半導体製造プロセスで使用される PFCs の特性を表 1 に示す。」

2. 42 ページ右側段落 下から 1 行目

<誤り>

「FT-730G の主な仕様を表 1 に示す。」

<訂正>

「FT-730G の主な仕様を表 2 に示す。」

3. 42 ページ右側段落 表中文字

Gas	Global warming potential (GWP)	Life (year)	Application
<誤り> CF ₂ <訂正> CF ₄	6500	50000	Dry etching
C ₂ F ₆	9200	10000	CVD chamber cleaning Dry etching
<誤り> C ₃ F ₆ <訂正> C ₃ F ₈	7000	2600	Dry etching
<誤り> C ₄ F ₂ <訂正> C ₄ F ₈	8700	3200	Dry etching
<誤り> C ₅ F ₆ <訂正> C ₅ F ₈	90	0.98	Dry etching
CHF ₃	11700	264	Dry etching
SF ₆	23900	3200	Dry etching
NF ₃	8000	700	CVD chamber cleaning
CO ₂	1	50 ~ 200	<誤り> Dry etching <訂正> Reference

4. 42 ページ右側段落 表のキャプション

<誤り>

表 2 半導体製造用 PFC ガス一覧

<訂正>

表 1 半導体製造用 PFC ガス一覧

測定原理	フーリエ変換赤外分光法 (FTIR) による同時多成分分析				
測定成分	同時計測 最大 20 成分				
時間分解能	1 秒で測定値更新可能				
濃度演算	多変量解析適用、面積演算、ピーク高さ演算				
測定光路	セル長を用途により選択				
	単光路		多重反射式		
	1cm	10cm	0.6m	2.4m	10m
検出器	用途により選択 ・電子冷却 MCT (高感度連続計測) ・液体窒素冷却 MCT (高感度ガス研究) ・電子冷却 InAs (高感度連続計測) ・TGS (広波長域の計測)				
外形寸法	560mm (W) x 572mm (D) x 593mm (H) 本体のみ				
質量	50kg 本体のみ				

表 2 FT-730G の主な仕様
Specifications of the FT-730G

5 実測例

半導体プロセスでの実測例を示す。

5.1 ドライエッチングプロセス

CF₄を親ガスとして、エッチング装置のプラズマを ON/OFF させた時の、排出ガスの計測結果を図3に示す。エッチングに寄与する親ガスは約50%であり、供給ガスの約半分はそのまま排出されていることがわかる。この結果を利用して、エッチングガスの利用率を高めるための最適条件の検討や、SiF₄の濃度変化からエッチングの効率をモニタすることが可能である。さらに、シリコンウエハと共存する酸素および水素と反応し、各種化合物が形成される様子から、エッチング機構の解明にも役立つ。

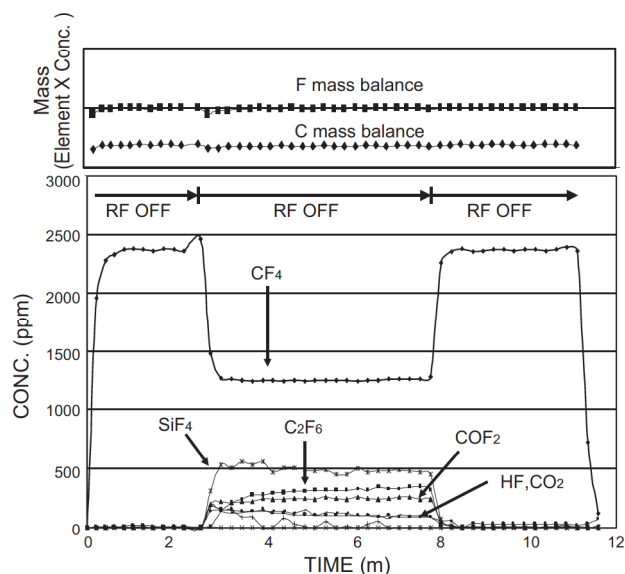


図 3 CF₄ ドライエッチング排ガスデータ
Exhaust gases in CF₄ dry etching process

図4に、親ガスをC₂F₆とした時の排ガスの挙動を示す。排ガス組成が、CF₄の場合とは異なっている。計測された組成と濃度の確かさは、供給したガスの炭素総量およびフッ素総量の変化を観測することで推定できる。図3および図4に炭素総量およびフッ素総量のトレンドを併記しているが、プラズマの発生と停止前後でいずれの値も安定しており、正確に計測できていることを表している。

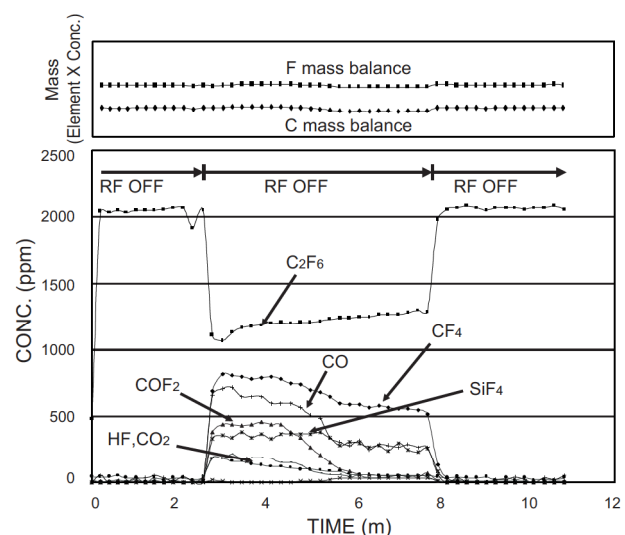


図 4 C₂F₆ ドライエッチング排ガスデータ
Exhaust gases in C₂F₆ dry etching process

5.2 プラズマ CVD クリーニングガス測定

CVD 装置のクリーニングには主に C_2F_6 が使用されているが、最近では NF_3 の使用量も増加している。

図5に、 NF_3 を試験用平行平板型プラズマ CVD 装置に供給し、排ガスを計測した結果から分解過程を評価した例を示す。

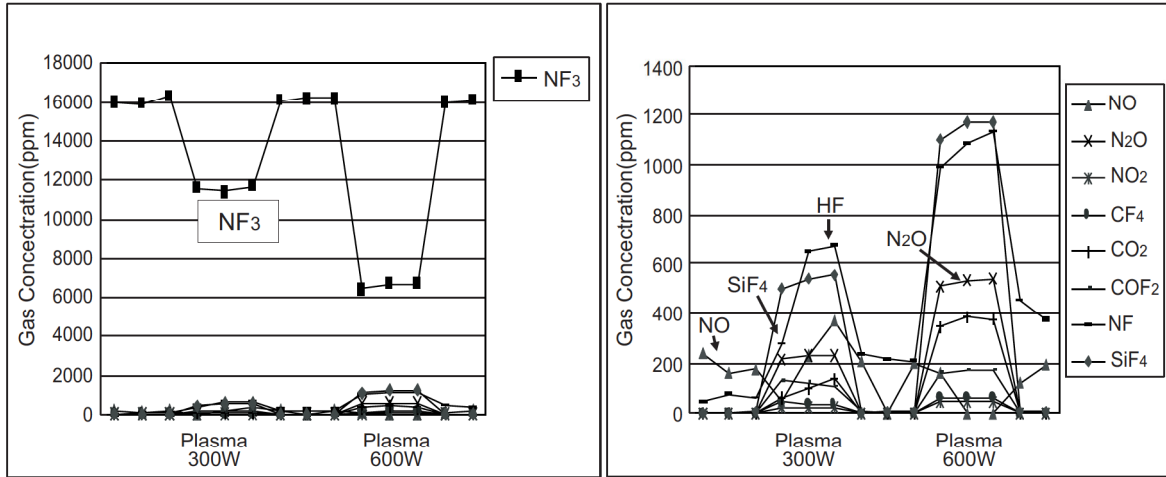
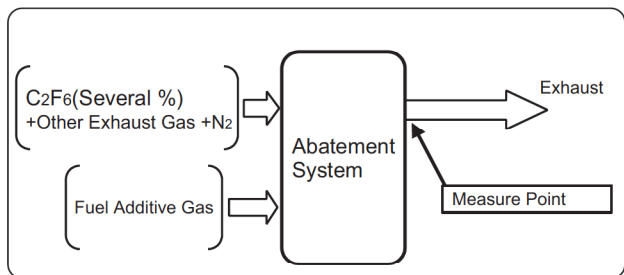


図5 NF_3+Ar CVD クリーニング排ガスデータ
Exhaust gases in NF_3+Ar plasma CVD cleaning

5.3 PFCs 除害装置の効率計測

一般的に、PFCs は大気放出される前に除害設備を通る。除害装置については、装置メーカーより各種手法による装置が提供されている。図6は、 C_2F_6 の燃焼式除害装置の稼動データを示す。生産プロセスのレシピにより除害設備へ排出される PFCs の組成は異なるが、除害効率を最大とする条件を、ガス計測データを基に見つけ出すことが可能になった。また、除害装置の稼動状況もモニタできる。



Decomposition rate of C_2F_6 (%)			
Fuel supply condition	A	$1.2 \times A$	$1.4 \times A$
Combustion condition I	82	83	91
Combustion condition II	86	93	96

図6 燃焼式除害装置計測結果
Effency of a combustion abatement

示す。 NF_3 導入に当たり解決すべき課題は、排出ガスに NO_x が発生することである。ガス計測をリアルタイムで行うことにより、 NO_x 排出濃度を最小とするクリーニング条件を見つれたり、リアルタイムに制御できる可能性がある。

6 新たな展開

地球温暖化防止の観点から、大気中への PFCs の排出が監視される一方、半導体デバイス生産に携わる方々の安全および健康を維持するために、作業環境監視の需要が高まっている。

さらに、排ガス環境計測だけでなく、装置排出ガスを計測してエッチング状況をモニタする試みもなされている。

6.1 作業環境モニタ

作業環境の安全確保の観点から、クリーンルーム内にリークする PFCs をモニタし、管理基準と照らし合わせて、警報を出力する計測システムを、デバイス工場に納入している。図7は C_3F_8 を監視するシステム構成の一例を表す。

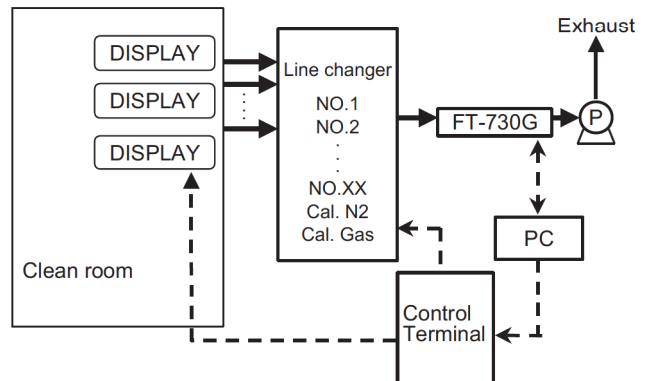


図7 クリーンルーム環境モニタシステム構成
Schematic diagram of environment monitoring system for clean room

クリーンルーム中には、イソプロパノールなどの揮発性物質が漏れ出すこともあり、分析手法によってはこれを誤検出する。この点、FT-730GはFTIR法による成分分離能力の高さを発揮し、高速で微量成分の計測を可能にしている。表3にクリーンルーム環境モニタの仕様を示す。

Measuring gas	C ₅ F ₈ (TLV:2ppm)
Measuring point	Sequentially switched of 10 points (be able to increase)
Measuring time	10 points per 5min
Alarm level	0.2ppm (be able to change by the environmental condition)

表3 クリーンルーム環境モニタ概略仕様
Specifications for clean room environment monitor

6.2 エッチングレートのモニタリング

C₂F₆ガスによるエッチングレートとその時の排出ガス組成をモニタした結果を、図8に示す²⁾。プラズマ出力の上昇に伴い、C₂F₆の分解は促進される一方で、ガス組成はCO₂をはじめとして5成分が生成されている。これは、生成ガス状態をモニタすることで、エッチングレートが類推できることを示唆している。

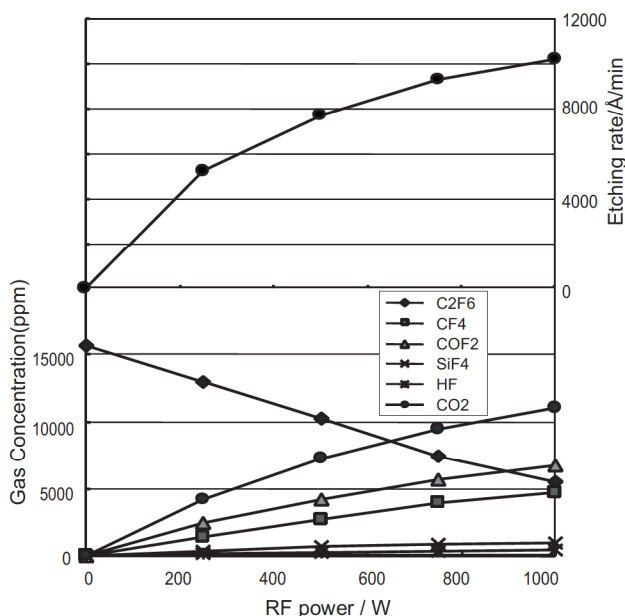


図8 C₂F₆エッチング排ガスデータおよびC₂F₆エッチング特性のプラズマ出力依存性

Exhaust gases from C₂F₆ plasma etching and etching rate vs plasma power in C₂F₆ etching

7 おわりに

FT-730Gによる、半導体プロセスに使用されるPFCsの計測実例と可能性を示した。半導体の生産性向上を目的としたプロセス条件の改良や新規ガス開発は、今後とも精力的に継続される。様々な成分を計測できる赤外分光法によれば、半導体プロセスの初期段階から有用な情報が得られるものと確信している。ホリバが永年にわたり培ってきたガス分析技術の一端を担っているサンプリング技術を、半導体生産プロセスに応用することで、お客様それぞれの事情に応じた最適な測定システムを今後も提案していきたいと願っている。

参考文献

- 1) 松下圭成
「最近のPFC等排出削減取り組みについて」
応用物理 第69巻 第3号(2000)
- 2) RITE CVD 洗浄プロジェクト
2000年春季応用物理学会ポスターセッション



佐竹 司

Tsukasa SATAKE

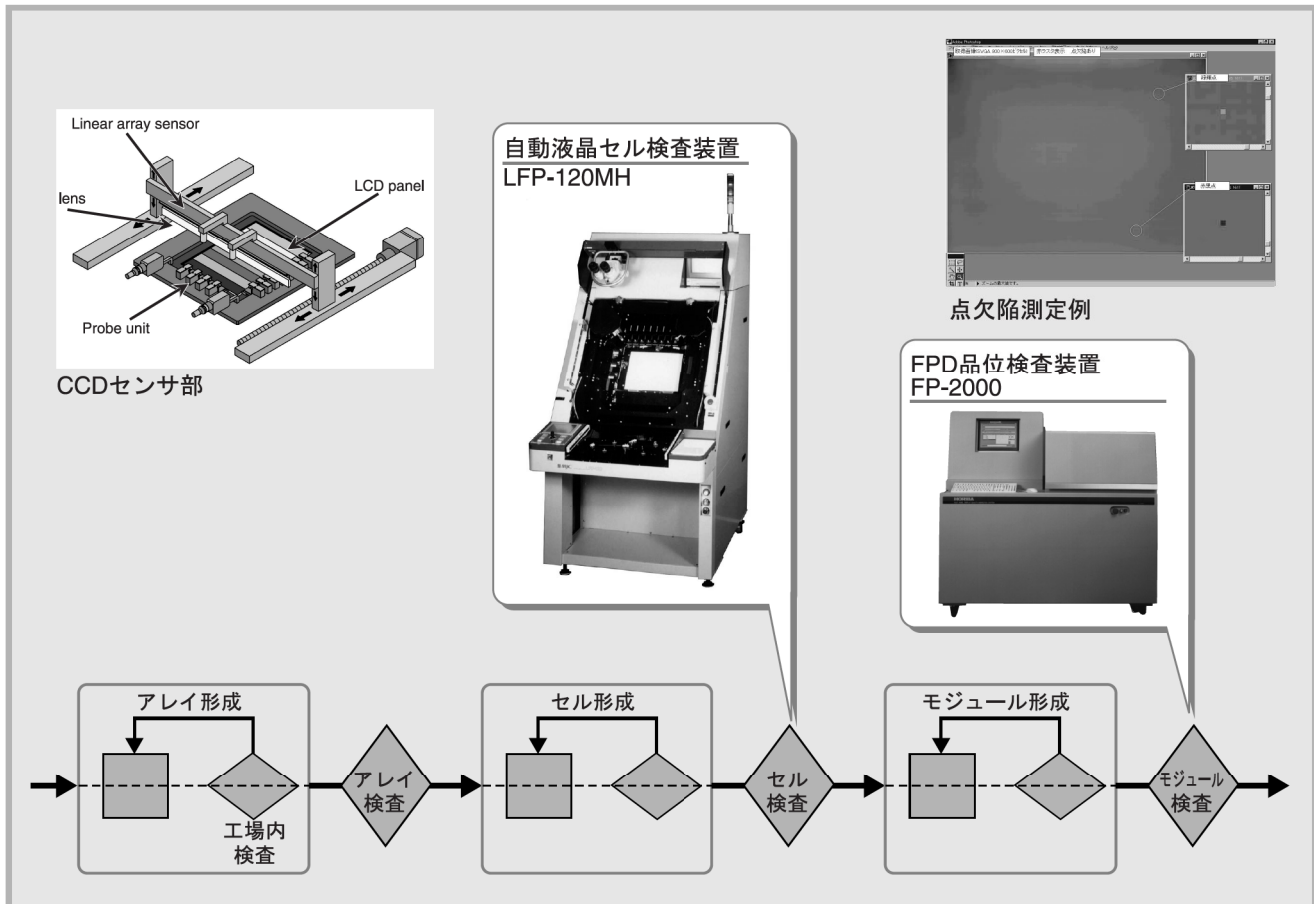
環境・プロセス開発部

チームリーダー

自動液晶セル検査装置 LFP-120MH

LCD Defect Inspection System LFP-120MH

西條 豊



要旨

パソコン、テレビ、携帯電話と液晶ディスプレイ(LCD)の市場は急速に拡大している。しかし、LCDの生産ラインでは、欠陥やゴミの検査が日視で行われているため、生産性向上のネックとなっている。ホリバは、株式会社日本マイクロナクス殿と共同で、機械検査と目視検査とを組合せた、自動液晶セル欠陥検査装置 LFP-120MH を新たに開発した。本装置は LCD の大幅な生産性向上に役立つものと期待されている。本稿では、LFP-120MH 開発の背景、検出原理、特性などを紹介する。

Abstract

The market for liquid crystal display(LCD) products is rapidly expanding. Increasing demands are coming from the personal computer, television, and mobile telephone industries. Rapid, automated production of LCD displays can be slowed by the requirement for human inspectors to perform defect and dust inspections during production. To address this problem, Horiba has teamed with Micronics Japan Co., Ltd., to develop the LFP-120MH automated LCD defect inspection system. This new system efficiently combines machine inspection and human inspection to derive the most efficient benefits from each method. The system is expected to contribute to significant gains in productivity along the LCD production line. In this article the author discusses the development of the LFP-120MH, its characteristics, and the detection principles it uses.

1 はじめに

液晶ディスプレイ(Liquid Crystal Display: LCD)は、ノート型パソコンの急激な普及やデスクトップ型パソコンへの省電力、省スペースの要求から、従来の電子管式ディスプレイ(Cathode Ray Tube: CRT)に取って代わる勢いで、急速に市場が拡大している。さらに、次世代の携帯電話として注目されている高速通信端末の導入が来年度から始まり、表示素子としてのLCD市場は爆発的な拡大が見込まれている。

しかし、LCD製造ラインを生産面から見ると、歩留まりの悪さや工程の複雑さから、製造コストはまだまだ割高で、改善すべき点が多々ある。なかでも、現在は人手に頼っている目視点灯検査工程は大きな見直しが必要になっている。とくに、LCDの前工程(セル工程)における、点欠陥、線欠陥、ムラなどの欠陥を、位置情報とともに、高精度で再現性良く検査することが急務となっている。ホリバはこのようなニーズを受けて、自動液晶セル検査装置を製品化した。

2 欠陥検査の現状

現在、LCDは、600mm×720mmの大型ガラス基板をはじめ、各種のタイプが自動化ラインにより大量に生産されている。しかし、画素の欠陥に起因する輝度不良については、いまだに目視による検査が主に行われている。これは、熟練した人間の目による検査結果と自動機による結果との間になかなか相関性がとれないことが大きな原因である。とくにシミ、ムラの検査では、LCDが固有の角度特性を持っていることが、自動化推進のブレーキとなっている。また、既存の欠陥検査装置では、シミ、ムラの検査を重点におくと逆に点欠陥が検出し難くなってしまおうという相反する問題があった。

我々は、これらの問題は検出器の空間分解能の不足が主な原因であり、また、検出器のLCDの各画素に対する視野角特性が一定していないこと、さらには、得られた画像データの処理技術の不十分さが原因だと考えている。

3 ラフ・スクリーニング

ホリバは、液晶検査装置のトップメーカーである株式会社日本マイクロニクス殿(JMC)と共同で、同社のセル点灯検査装置をベースとして、点欠陥、線欠陥の完全自動化を可能にした液晶セル欠陥検査装置 LFP-120MHを新たに開発した。LFP-120MHの製品コンセプトを「機械検査と目視検査とを組合せたラフ・スクリーニング」と位置付けて、従来の目視検査の大幅な軽減を図った。

現在、LCD生産ラインの歩留りは、少なくとも数十%程

度が良品で、不良品が10%前後、残りが良否のはっきりしないグレイ品と見なされている。しかし、良品を含めて全てのパネルを目視検査しているために生産性が非常に悪い。そこで、我々は、ラフ・スクリーニングという考え方に基づき、一旦全デバイスを自動検査にかけ、グレイと判定されたものだけを再度目視検査するようにした。

これにより、二重検査の無駄が省けることになり、とくに、携帯電話のように従来の1桁も2桁も多くのLCDを生産しなければならない場合には威力を発揮する。

4 装置構成

LFP-120MHは、従来の目視セル点灯検査装置に自動欠陥検査センサを取り付けたコンパクトな構造となっている。コンパクト化と高性能化の両立を図るため、光検出器としては密着タイプのリニアアレイ型カラーCCDセンサ(以後、CCDセンサ)を採用した。LFP-120MHは、センサ部、サンプルステージ、光学系、データ処理部、LCD表示用信号発生器部、検査結果表示部、そして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、処理内容に応じMain-CPUおよびSub-CPUとに分けて、高精度でかつ操作性の向上を図っている。図1にLFP-120MHの外観を示す。



図1 自動液晶セル検査装置 LFP-120MHの外観
LCD Defect Inspection System LFP-120MH

5 検出原理

CCD センサで LCD パネル全体をコピー機のように高速で操作し、LCD 各画素の R, G, B それぞれの輝度を一度に測定することによって欠陥を検出する。図2に輝度測定機構部、装置構成の一例を示す。

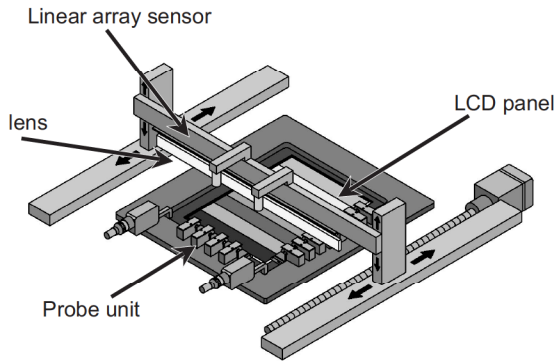


図2 輝度測定機構部
Mechanism of the luminescence measurement

5.1 検出器

本 CCD センサは、光の三要素である R, G, B 各々につき 4880 個の画素を有しており、これらを LCD の R, G, B それぞれの画素と対応させて発光強度を精度よく検出する。CCD センサと被検査体 (LCD) の位置関係を図3に示す。19 インチサイズの LCD に対しては、最大約 4600 万画素の輝度を測定することになる。これは、LCD が持つ約 100 万～200 万画素に対して 10 倍以上の CCD の画素数で測定することに相当し、従来の数百万画素のセンサを使ったカメラタイプよりはるかに高い精度で欠陥を検出することができる。

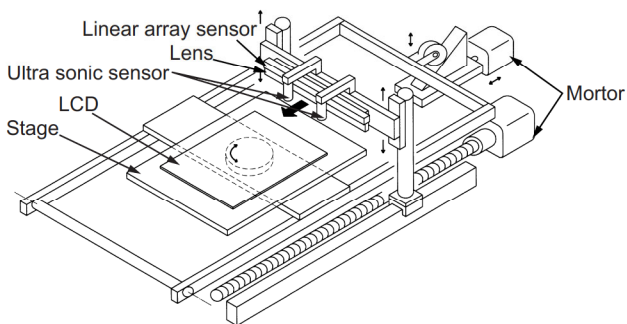


図3 CCD センサと被検査体 (LCD) の位置関係
Positional relation of CCD pixels and LCD pixels

5.2 プローブとセンサの位置関係

通常、セルの点灯検査装置は、駆動回路からの信号を LCD パネルの R, G, B 各素子に伝達させるために、図4のような構造の数千本のプローブが装備されている。LFP-120MH では、高感度化をはかるために、密着型ラインセンサにワーキングディスタンスの大きなセルフオクレンズ[®]を適用した。

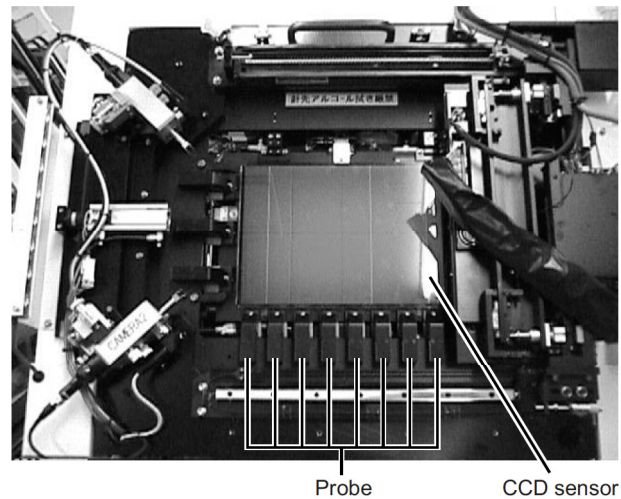


図4 プローブの構造
Structure of plibe

6 検査フロー

LFP-120MH は、最初にオペレータがサンプルをセットすれば、後はキー操作のみで搬送から、欠陥検出、結果表示まで、全ての工程を自動的に行うことができる。

プロービングは自動アライメント機能により正確に行われ、センサとセルの平行度や焦点位置も再現性よく設定される。点灯モード (赤ベタ、青ベタ、緑ベタ、黒、白等) ごとにセンサがセル基板上を走査し、点欠陥、線欠陥等を検出し、輝度レベル (256 階調) や位置を表示し、記憶する。欠陥は、目視検査との相関関係から明らかにした閾値をレシピに前もって登録しておき、自動的に判別する。なお、目視検査は、センサが常に右端に待機した状態に確保されるため、スムーズに行うことができる。

7 測定例

LCDの測定例を図5に示す。黒(減)点欠陥、赤輝点欠陥が高精度で検出できていることがわかる。点欠陥はもちろんのこと、目視検査との相関が困難なシミ、ムラ検査も、高精度で検出できていることが読み取れる。

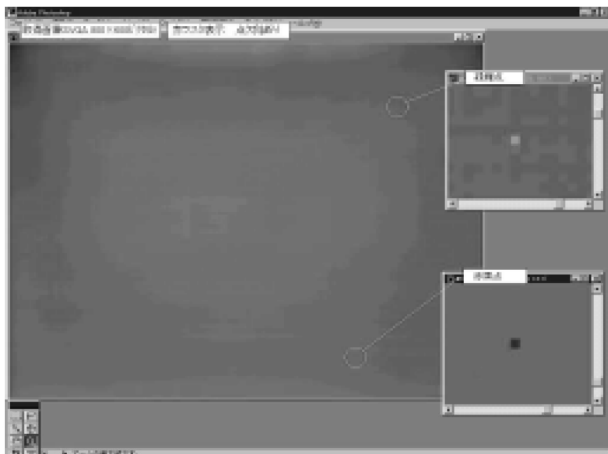


図5 点欠陥測定例

Measurement result of the point defect

8 おわりに

LCDの需要は急増しており、もはや目視検査だけを行っておられない状況になってきた。このような市場からの緊急要請を受けて、自動検査と目視検査とを組み合わせたラフ・スクリーニングをベースとしたLFP-120MHを製品化した。本装置がLCDの大幅な生産性向上に役立つものと期待している。一方で、LCDの一層の大型化や低消費電力化などに対応できる、より高度で多様な機能を持つ検査装置が求められている。今後とも、お客様のニーズをすばやく捉え、優秀な関連技術の積極的な融合を図ってこれに対応していくつもりである。



西條 豊

Yutaka SAIJO

半導体システム開発部

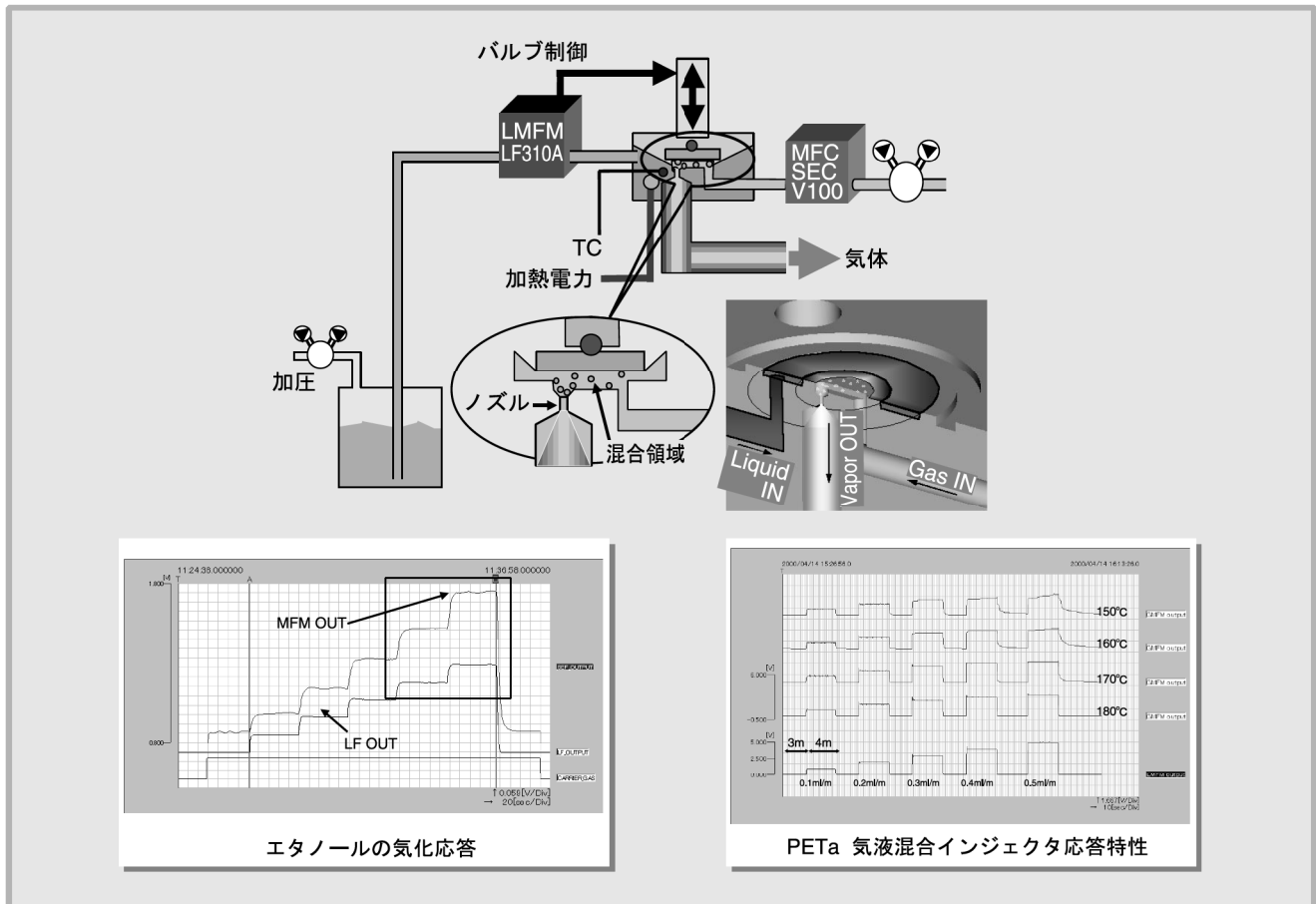
部長

気液混合型インジェクションを用いた液体材料の気化

New Liquid Vaporization System Using the Liquid-Gas Mixing Injector

西里 洋*, 宮本 英顕*, 佐仲 正守*

* (株) エステック



要旨

半導体デバイスの高速・高密度化にともない、デバイス構造の微細化のみならず材料の置き換えによる対応や生産性向上をめざして12インチウエハ等の大口径化が進んでいる。この動向にともない、半導体製造に使用される液体材料においても多様化と大流量化が進んでいる。今回は、気化効率を改善した気液混合方式による液体気化供給用インジェクタを紹介する。この新規に開発したインジェクタは、気化効率の向上による大流量化や、材料の低温供給による材料の自己分解の抑制などを目的としている。

Abstract

Liquid Injector system has been used to control the liquid flow rate directly. The vaporized flow rate of the liquid is known easily by using this method. Also it achieves easy operation and the simple system configurations. However, the liquid material that has very low vapor pressure, and also 300mm wafers are getting to be used in recent semiconductor wafer processes. The capabilities of more efficient vaporization and higher flow rate are required for these process trends. New Injector system has been developed to resolve these requirements.

1 はじめに

液体を気化してウエハ上に供給するためには、以下の項目が重要なポイントとなる。

- ① 液体材料の流量を測定し、液量をバルブでフィードバック制御する。
- ② 液体を完全に気化する。
- ③ 発生したガスを再液化させないで送出する。

インジェクタのシステムは、①、②及び③の動作を連続的に行うものである。図1は、今回開発した気液混合型インジェクタを気化システムとして組んだものである。LF-310Aは液体流量制御回路内臓の液流量計で、SEC-V100は搬送用ガスのコントローラであり、その下流に搬送ガス加温用のフィルタが付いている。LF-310Aとフィルタの間にあるのが気液混合型インジェクタである。インジェクタを採用することで、パブリングを使った液体気化供給の方法に比べ半導体製造装置が小型化できるメリットがある。さらに部品点数が少ないため、コストダウンと設置面積の削減に貢献できる。



図1 試作した気液混合型の気化器
New liquid vaporization system

2 気化の原理

図2に物質の状態図を示す。液体状態を気体状態にするには2つの方法があることがわかる。一つは圧力を一定にして温度を上げる図中の破線矢印(○---->○)の方法だが、一般的にはこの方法がなじみ深く、水を沸騰させ蒸気を得るなどはこの方法によるものである。しかし液の加熱には時間がかかり、高速な気化はできない。もう一つは、あらかじめ液を加熱しておき、一気に圧力を下げる図中の実線矢印(○->○)の方法である。インジェクタは瞬間的に圧力を下げることができるため、液体の瞬間的な気化が可能となる。

気化した液体は反応炉まで再液化させずに運ばれる必要がある。搬送の方法としては、大きく分けて気化器と反応容器間の圧力差を用いる方法と、搬送用のガス(キャリアガス)に混合させて運ぶ方法とがある。どちらも気化させた材料が配管中で再液化しないように配管温度を調整しな

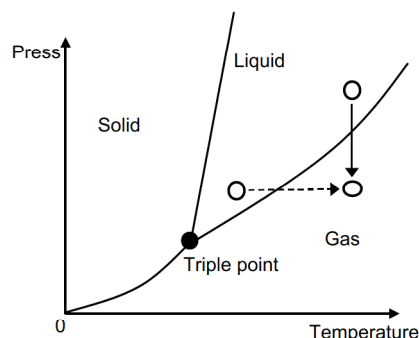


図2 状態図
Phase diagram

ければならないのは同じだが、前者は気化装置として搬送ガスを使わないのでシステム構成が簡単になる。また、発生したガスをガス流量計でモニタリングし、インジェクタのバルブにフィードバックして流量制御する方法が容易に構成できる。

一方後者は、搬送ガスを用いるため、気化した蒸気の濃度を下げることができる。また、蒸気濃度が下がると再液化防止のための温度を下げるのが可能となり、搬送ガスに乗せるため高速に反応炉まで材料を運ぶことができる。とくに高速応答が要求される枚葉型の装置に適している。

インジェクタで減圧気化するときの注意すべき点として断熱膨張の問題がある。断熱膨張により発生したガスの温度が下がり過ぎた場合、再液化が起こる。状態図に示すように、気化した材料が破線矢印を逆にたどり液体状態へ戻ることがある。気化させる流量が増えてくると温度の下がる量が増え再び液化してしまうために、ガス化可能な最大発生流量を実験的検証または潜熱の計算により求める必要がある。今回開発された気液混合型インジェクタは、搬送ガスと液体材料を気化前に混合し、ノズルから噴射し減圧することにより液体を気化する。この時断熱膨張により失われる熱を、搬送ガスと混合することで補い、気化効率の向上を達成している。

図3にエタノールの気化効率の評価を行った簡単なフローを示す。図4は従来型インジェクタ、図5は今回開発した気液混合型インジェクタの結果で、エタノールの流量(LF OUT)を段階的に増やしたときの2次側に付けた流量計(MFM)で気化流量を確認したものである。グラフ中の四角で囲った領域を見ると、従来型インジェクタは0.6g/min以上の液流量でMFMの指示がふらついており、気化が安定していないことがわかる。これに対して気液混合型インジェクタでは最大流量の1g/minまでMFMが安定しており、気化効率が向上しているのがわかる。

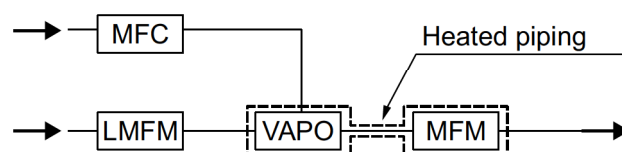


図3 エタノールの気化試験のフロー
Flow diagram for the vaporization efficiency of ethanol

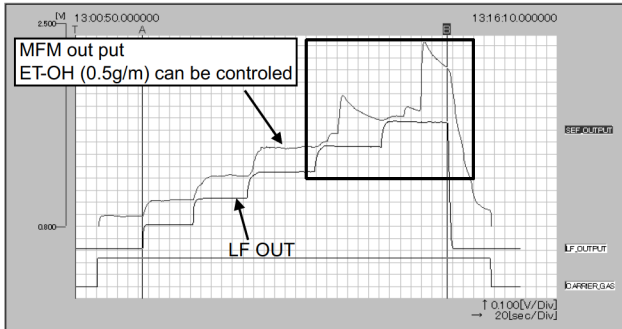


図4 従来型インジェクタのエタノールの気化特性
Vaporization efficiency of ethanol (former injector)

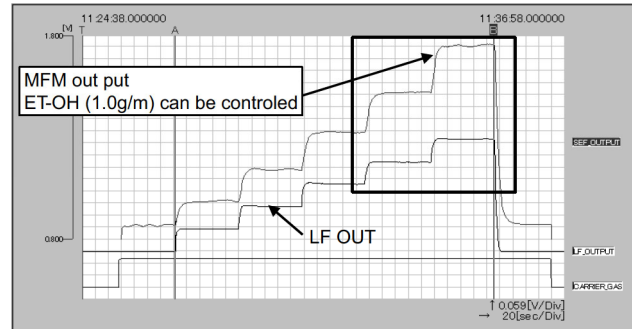


図5 混合型インジェクタのエタノールの気化特性
Vaporization efficiency of ethanol (liquid-gas mixing injector)

3 構造と気化の方法

図6は従来型インジェクタを使った構成図である。搬送ガスが定常的に流れる中に、インジェクタを用いて液体が流量制御されて減圧放出される。液体はバルブにより減圧気化後に搬送ガスと混合される構造をとっている。図7は、気液混合型インジェクタを用いた構成図である。搬送ガスは、インジェクタ内部にあるノズルの手前で圧力が高くなるため効率よく加温される。原料液体と加温された搬送ガスとは、ノズル手前にある気液混合部(Mixing Area)で混合され、ノズルを通るときに減圧され気化される。両者の気化方法の違いは、液体材料を搬送ガスとの混合前に減圧し気化するかないかである。構造的には、搬送ガス自身の加熱効率と搬送ガスと液体がノズル部分で強制的に混合される点が違っており、従来型に比べ搬送ガスからの熱が効率よく液体に伝えられる。このため気化効率が向上し、発生流量の拡大と発生温度の低温化が可能となった。

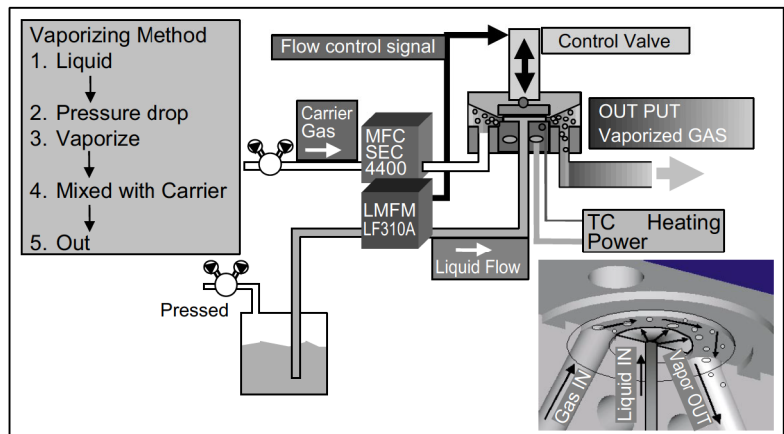


図6 従来型インジェクタ
Former injector

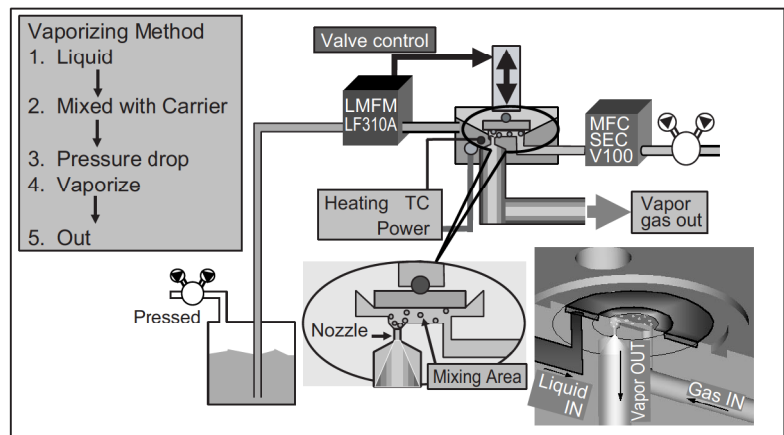


図7 気液混合型インジェクタ
Liquid-gas mixing injector

4 実施例

4.1 ペンタエトキシタンタル (PETa) の気化

PETaは、半導体デバイスの中でキャパシタ用Ta₂O₅膜の成膜材料として用いられている。成膜装置では、Siウエハ上へPETaを気化して供給、酸化して10nm程度のTa₂O₅薄膜を堆積する。

図3と同様な試験ラインを使用してPETaの気化発生試験を行った結果を図8に示す。これは液体の流量を段階的に増加させたときのMFMの出力をプロットしたもので、気液混合型インジェクタの温度をパラメータとしている。インジェクタの温度が150℃の場合、液体流量が0.2ml/mまではMFMの応答はLF（液体流量計）の応答に追従しているが、それ以降は立ち下りが遅れている。液を切っても気化が進行しており、瞬間的に気化していないことを示している。したがって、瞬間的に気化できるのは150度で0.2ml/mまでといえる。温度を上げていくと180℃で0.5ml/mまで瞬間的に気化が行われている。これまで0.5ml/mのPETaを気化発生出来るシステムはなく、気液混合型インジェクタの優位性が見られる。

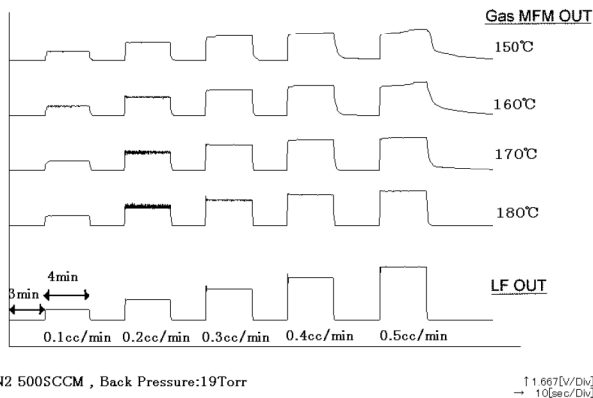


図8 気液混合インジェクタのPETaに対する応答特性
Response for the PETa of the liquid-gas mixing injector

4.2 トリメチルホスフェイト (TMPO)

BPSG膜に用いられるTMPOは高温にすると自己分解する。従来型インジェクタで0.033ml/mを気化発生させるには、PETaと同様に気化条件の確認をすると130℃という温度が必要であった。しかしこの温度では、TMPOの自己分解により分解物が制御弁に堆積し詰まるという問題がある。バルブの詰まりの問題を解決するためには、インジェクタの温度を下げる必要がある。気液混合インジェクタを用いると70℃という温度で気化発生が可能となる。

図9に気化時の応答を確認した結果を示す。MFMの出力が、LFの出力に対して立ち上がり立ち下りともに追従しており、発生時もMFMの出力は安定している。

図10はTMPO気化発生後のバルブの内部を確認したものである。130℃での使用では従来型及び気液混合型インジェクタともに堆積物が見られるが、70度の気液混合型インジェクタでは見ることはできない。気液混合型イン

ジェクタを用いることにより、液体の加熱温度を下げ材料の分解を抑えることが可能となる。

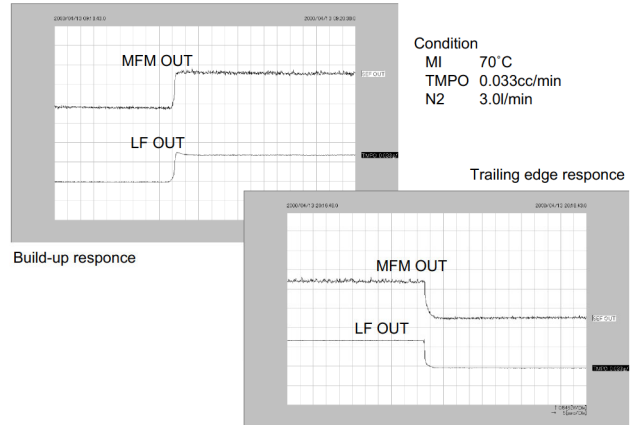
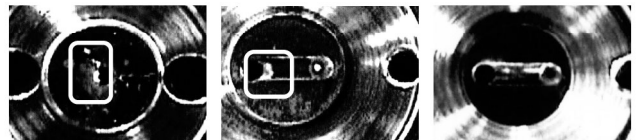


図9 TMPO気化応答特性

Response for the TMPO of the liquid-gas mixing injector



Former type	Liquid-gas mixing type	Liquid-gas mixing type
130°C	130°C	70°C
Total 14hr 29min	Total 14hr 29min	Total 14hr 29min
TMPO 0.033g/min, N ₂ 3 l/min	TMPO 0.033g/min, N ₂ 3 l/min	TMPO 0.033g/min, N ₂ 3 l/min

図10 バルブのシート面に付着した固形物
(□ 囲い部分)

Solid material adhered on the valve sheet

5 おわりに

今回開発された気液混合型インジェクタは、従来型に比べ気化効率が向上し、気化効率向上分を、気化流量の増大や気化温度を下げることによる材料分解の抑制に振り分けられることがわかった。現在、様々な液体の気化供給が要求されているが、その解答の一つとして提供できると考えている。



西里 洋

Hiroshi NISHIZATO

株式会社エステック

開発本部



宮本 英顕

Hideaki MIYAMOTO

株式会社エステック

開発本部



佐仲 正守

Masamori SANAKA

株式会社エステック

開発本部

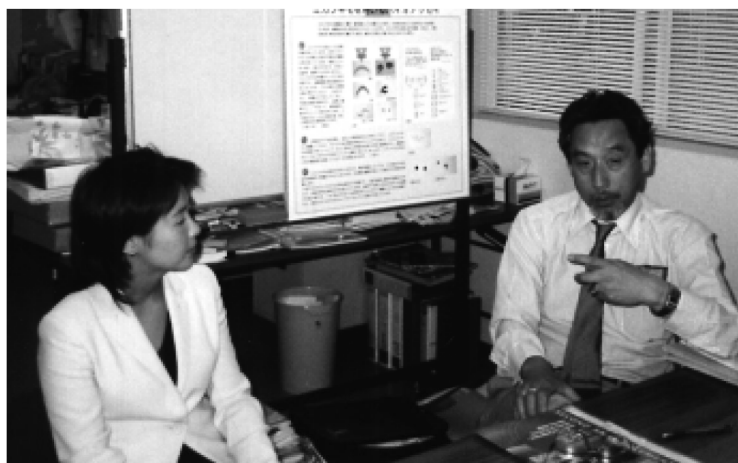
きれいな水環境へ向けて —計測機器メーカーの役割

Toward a Clean Water Environment

— Our Role as a Measurement Device Manufacturer

21世紀に向けてのカウントダウンが聞こえる中、豊かな自然の保全に向けて、国や地域を超えた世界規模での様々な取り組みがなされています。ホリバは、分析機器を通じて地球環境問題解決に貢献したいと願っています。

今回は、きれいな水環境の実現に向けてグローバルな研究・啓蒙活動をされている京都大学附属環境質制御研究センター長松井三郎先生に、水循環と計測についてお話を伺いました。聞き手は、環境用水質計測機器の新規の世界市場開拓に取り組んでいる当社の若手海外営業部員、木村祐子です。お話は、まず国内外の水環境の現状から始まり、問題解決をめざす世界の動きのご紹介、また、きれいな水を取り戻すために計測はなぜ必要か、どんな計測が必要か、さらに、私たち計測機器メーカーが果たすべき役割は何か？ などなど、大変貴重なアドバイスをいただきました。



ゲスト

松井 三郎氏

京都大学大学院工学研究科附属
環境質制御研究センター センター長 教授

インタビューア

木村 祐子

堀場製作所
分析システム海外営業部

As the 21st century draws near, there are a variety of ongoing nature conservation activities in almost all countries of the world. Horiba wants to help solve environmental problems by providing a useful variety of analyzers.

This article is the summary of our interview with Prof. Saburo Matsui, the President of Research Center for Environmental Quality Control attached to Kyoto University. Prof. Matsui conducts global research and is an activist for the cause of clean water. Interviewing Prof. Matsui is Miss. Yuko Kimura, one of young foreign sales representatives whose goal is to create a new worldwide market for Horiba's environmental water quality analyzers.

Prof. Matsui began by discussing the current state of the water environment both in Japan and overseas. His other topics included what is being done about the problem around the world, what types of measurement are needed, and Horiba's role as a measurement device manufacturer. On these matters, he gave us very valuable advice.

水環境は今・・・

— 環境保全是世界規模で大きな問題となっていますが、特に水はすべての生命の源であるだけに、水環境の変化は深刻な問題ですね。

先ごろ、G8環境大臣会合が天津市の琵琶湖のほとりで開催されました。これは、主要先進8カ国の環境担当大臣が、国際社会が直面するさまざまな環境問題について話し合おうというもので、今回が8回目でした。この会議の日本初の開催地として、琵琶湖を中心に水の環境保全施策を推進してきた滋賀県が、いくつかの開催候補地のなかから選ばれたことを考えると、21世紀がまさしく「水環境の世紀」であることを象徴しているように思います。

— 私たちに身近な琵琶湖・淀川水系の環境は、どのような状況になっているのでしょうか。

比良・伊吹・鈴鹿山系にはじまり、琵琶湖、淀川、そして大阪湾へと流れる琵琶湖・淀川水系は典型的な開放型循環利用が行われています。つまり、処理した下水を川へ流し、その水をまた下流で取水して水道として利用するわけですね。上流から下流まで、それが5回ほど繰り返されている。だから、大阪市民が淀川から取水して水道水として使う水は、それまでにすでに5回くらいは人間のお腹を通過して利用されてきたものなんです。こういう循環利用が重なると、分解しにくい汚染物質が下流にいくほどたまってしまいます。

琵琶湖や大阪湾では、BOD値(生物学的酸素要求量)は改善されているがCOD値(化学的酸素要求量)はむしろ悪化傾向にあります。現在の微生物利用による下水処理では、BOD値は90%くらい削減されますが、COD値となると60~80%しか削減できないんです。これは、湖沼や湾が、生活排水、工場排水、農業排水、ゴルフ場からの流出水など、さまざまな人間活動から生じる排水によって富栄養化することが大きな原因の一つになっています。行政もこの問題を解決すべく鋭意努力されているのですが、容易に改善できていない箇所が多いというのが現状です。環境問題は、気候や地形などの自然条件と人間のライフスタイルとのインバランスから生じるものですが、とくに、水をめぐる環境問題というのはこの傾向が著しいと思いますね。

もちろん、富栄養化は琵琶湖・淀川水系に限ったことではなく、東京湾、伊勢湾、瀬戸内海などの閉鎖性海域でも共通した問題ですし、また世界中で同様の問題が起こっています。

— 海外では、水環境に関してどんな問題が起こっていますか。

たとえば、アメリカのテキサスのダム湖は、底のほうに酸素のない状態になっていて大きな問題となっています。テネシーにも日本の主要ダム建設が手本にしたような多目的ダムが60~70年前に建設されましたが、今ではやはり底に堆積ができて使えなくなっています。また、大西洋側のチェサピーク湾も富栄養化が深刻になっています。新種の有毒藻類が繁殖しているんです。

その一方で、アメリカにはタホ湖という非常にきれいな水の湖があります。景観も美しいので周りに別荘がたくさん建っているのですが、彼らの生活排水は湖に流していないんです。コミュニティのいちばん高いところに下水処理場が設けてあり、各戸の排水を全部ポンプアップしてそこに集めて処理して、それを山を越えた向こうの谷の砂漠へ流しています。こうした下水処理の費用を個人負担にしたわけですね。

ところが、このダム湖にも問題があって、どんどん水質が悪化しているんです。自動車の排ガス中の窒素酸化物が入り込んで、それがダム湖にたまっているし、雨水や雪解け水の道路排水が流れ込んできており、この処理が非常に難しい。「きれい」であるといえば、琵琶湖などと比べれば桁違いにきれいなのですが、それでもずいぶん大きな変化が起こっているわけです。

カナダでは、パルプ産業が重要なポイントになっています。パルプ排水が川に流されて最後にハドソン湾に行くのですが、そこにはサケが産卵のために帰ってくる。だから、そのパルプ排水がサケの産卵に影響を与えるかどうかが最大の問題です。

—問題をかかえていない湖沼や沿岸はないと言えそうですね。北米の現状をお聞きしましたが、他の地域ではいかがでしょうか。

オーストラリアでは、シドニーなどの大きな都市が飲み水として利用している水道は、人工貯水池から引いたものなんですね。しかし、その貯水池のすぐ西には農地と砂漠が広がっていて、貯水池に農業排水が入り込んで富栄養化が日本よりも早く進行しています。

それから、ヨーロッパではバルト海。バルト海は海水の滞留時間が長いんです。琵琶湖は約5年、瀬戸内海で2年半ですが、バルト海は27年です。だから一度汚染されると回復が非常に難しく、富栄養化が進行しています。そのため、バルト海の沿岸諸国が国際協定を結んで共同の汚染対策活動を始めています。それぞれの沿岸国は、バルト海だけでなく、そこへ流れ込む河川の水環境問題をかかえておりますしね。特にポーランドは人口に比べて降雨量が少ないし、最近では経済が発展して工業都市の工場排水と都市下水による汚染が問題となっています。

地球上のいたるところで水環境が汚染されているわけですが、きれいな水をとりもどすためには、川と湖沼・海域とを切り離して対策を講じてもだめだと思うんです。双方の繋がりを考えることが必要で、そこに目を向けることで初めて問題が見えてくると感じています。

—いま環境ホルモンが話題になっていますが、私たちにどんな影響があるのでしょうか。

ある種の化学物質が人間や野生生物の内分泌に影響を与えている、つまりホルモン異常を起こしているということで、昨今非常に関心が高まっていますね。環境ホルモンと呼ばれる物質は、きわめて低濃度でも慢性的に内分泌を攪乱させて、免疫機構を阻害したり、生殖機能に影響を及ぼしたりする可能性があります。人を含む自然界の生物全体の、世代を超えた子孫継続の支障ともなるというわけです。20世紀はさまざまな化学物質を利用して我々人間の生活の便利さを追求してきたけれど、環境ホルモンはその「化」学文明がもたらした「影」の部分といえますよね。

日本では、はじめに言ったように開放型循環利用をしていますが、残念ながら現在の下水道技術は、こうした微量有害物質の処理にはまだまだ不完全で、上流域での処理水に残ったまま下流域へ流出するものもあるのです。南アフリカやアメリカでは、処理水を何度も利用するのではなく、下水処理水を直接水道水として利用する「閉鎖型循環」方式の開発が進められているところがあります。今後日本でも、こうした下水処理水の水道利用が進むと考えられますが、その場合には、どれだけ安全な水を造る技術を開発できるかが重要となるでしょう。



松井 三郎

Saburo MATSUI Ph.D.
京都大学大学院工学研究科附属
環境質制御研究センター
センター長 教授

<略歴>

1966年 京都大学衛生工学科卒
1972年 米国テキサス大学
オースチン校 博士過程終了
PhD (土木工学)
1987年 京都大学衛生工学科 教授
1995年 京都大学大学院工学研究科附属
環境質制御研究センター 教授

<現在の主な学外活動>

- 国際湖沼環境委員会 (ILEC) 科学委員
- 国際研究誌 “Lake & Reservoirs”
共同編集委員長
- 土木学会地球環境委員会委員兼特認幹事
- 国際研究誌 “Environmental
Technology” アジア地区編集委員
- ストックホルム・ウォーターシンポ
ジウム科学プログラム委員

きれいな水環境の実現に向けての世界の動き

— これほど地球規模で水環境が危機に直面しているなかで、きれいな水を取り戻すための手だてはあるのでしょうか。きれいな水環境の実現に向けて、どのような動きがありますか。

私の研究室である京都大学附属の「環境質制御研究センター」では、環境に関する分析やモニタリングの手法、有害物質の制御方法などを開発して、環境汚染物質が人間と生態系に及ぼす有害な影響を工学的に研究するためのシステムを作ることをめざしています。この研究室は琵琶湖に隣接しているんですが、そのことが象徴しているように、私は「湖沼」がきれいな水環境を実現するための原点であると考えています。

1984年に、滋賀県が提唱して「世界湖沼会議」が琵琶湖のほとりで開かれました。世界の湖沼に関するさまざまな環境問題の解決について考えていこうという国際会議です。それ以降2年ごとに世界各国で開かれてきて、今までに8回。2001年には、第9回がまた滋賀県で開催されることになっています。この会議の開催趣旨にうたわれているように、きれいな水環境実現のためには、やはり市民、企業、研究者、行政の協力が不可欠だと思いますね。

この第1回の世界湖沼会議がきっかけとなって、その2年後に、国連環境計画（UNEP）の全面的協力を得て「国際湖沼環境委員会（ILEC）」が設立されました。世界の湖沼の環境保全のために国際的な交流と調査研究の推進をはかろうというもので、私もその科学委員を務めています。

1992年にリオデジャネイロで地球環境サミットが開かれたのですが、そこでの提案の一つとして「淡水資源の持続可能な利用方法」というのがあって、この具体策を世界中のみんなで考え、行動しようと1996年に発足した組織で「グローバル・ウォーター・パートナーシップ」というのがあります。特に「流域」「地域」という視点から水資源の総合的管理のあり方を情報交換して、協力支援の方法を提案しています。このグループの活動はボランティアがベースとなっていますが、JICAをはじめとする海外支援組織の積極的な参加が必要です。



左から

- * Prof. Sven Erik Jorgensen (Denmark)
- * Prof. William David Williams (Australia)
- * Prof. Jose Galizia Tundisi (Brazil)
- * Prof. Saburo Matsui (Japan)
- * Dr. Masahisa Nakamura (Japan)

ILEC 殿ご提供

国際湖沼環境委員会（ILEC）科学委員

緊急ビューローミーティング（1999年11月）ここでは、2000年4月に大津市で開催されたG8環境大臣会議で取り扱われるべき淡水問題についても検討されました。

計測機器メーカーの役割

— 水環境を修復、維持するために、我々計測機器メーカーが果たすべき役割についてどのような期待をされますか。

何事でもそうですが、とくに水環境問題を解決するためには、まず現状を正しく知ること、言い換えれば、“はかる”ことからすべてが始まるんです。

きれいな水環境を作るためには、湖沼、河川、海域の水循環系の質状況を相関づけて把握する必要があります。その点、最近ホリバが開発した小型のマルチ水質モニタリングシステム(U-20)には注目しているところです。ハンディタイプだから手軽に現場に持ち込んで水質の基本項目を測定できますね。

それに、100mの深さまでの測定ができるのは大きい。水質は深さによって全く違ってくるんです。たとえば富栄養湖では、水面に近いところには溶存酸素が充分あるが、深水層では、動植物やバクテリアの呼吸、あるいは底にたまった生物の遺骸などの有機物の分解のために酸素量が減って、ひどい時には無酸素状態にまでなります。無酸素になると、湖底に堆積している化学物質が一斉に溶け出してくる危険性もある。だから常に監視しなければならないんです。これも季節によって状況は違うし、その日の天候によっても、また1日のうちでも変わってきます。ですから、深さ方向の測定はとても重要ですし、それを継続して行うことが必要です。その点、この製品は30日間の連続測定もできるということですからいいですね。

GPSからの位置情報と組み合わせて三次元の水質状況を計測できますし、こうした測定データをあとでパソコンに収集することができますから、測定箇所にパソコンがなくてもいいですよ。「小型で使い易い」は水質計測器の基本だと思います。

ただ、個々の計測機がすぐれていても、測定したデータ値が国やメーカーによってバラツキがあると困るんですね。分析精度の標準化といったことが求められると思うのです。

— ホリバは信頼性の高い分析機器を広くグローバルに提供したいと願っていますが、そのためにはどのような精度管理が求められますか。

みんなが同じものさしを使わなければならない、ということです。データを得た地域や国、そして時間が異なっている場合、それらのデータが相互に関連づけられなければ何の意味もないどころか、誤った判断をしてしまい、かえって害を及ぼしてしまいます。現在、水質計測の基準は基本的に各国ごとに決められていますが、早急に国際標準化(ISO)して、環境システム制御の分野でスタンダード化をしていくべきではないでしょうか。日本のメーカーの持っている水道・下水道の自動制御技術はアメリカやドイツよりも強いんです。個別のメーカーの枠を超えて、協力して国際的なスタンダード化をめざす必要があると思います。

ユーザとしては、“このメータで測った数値は、きちんとキャリブレーションできているので信用できる”というのが理想です。たとえば、品質管理を専門にする機関を作って、ユーザはそこから標準サンプルを送ってもらい、それを使ってホリバの機器で現場で測定をする。そして測ったデータを送り返すと、使い方も正しいし校正もちゃんとされていてデータは信頼できると保証してくれる。そういうシステムにすべきですよ。そうするとユーザはとても安心するし、その計測機器の信頼性が確立されます。

— 途上国では、近年になって、工業の発展や人口の増加などで環境も急激に変化しているところがあるのではないのでしょうか。そういう国や地域に対しても、ホリバは貢献したいと願っています。

アジア生産性機構(APO)という、アジア太平洋地域における社会経済発展のための諸活動を行っている国際機関があります。これは、生産性の向上に関する活動をしている組織ですが、“生産性向上と環境対策は二律背反”という古い考えから脱却して、環境保全と生産性向上を同時にめざすという新しい概念に基づいて、途上国の環境保全のための支援活動をしています。私はここで学術講師を務めていますが、ベトナムなどの途上国では急速な経済発展と同時に環境が激変しているので、環境問題対策の緊急性を痛感しています。欧米の先進諸国は官民一体となって支援活動を展開しています。ホリバ始め計測機器メーカーの積極的な支援を期待するところです。

ベトナムには、ナショナルセンター・フォー・サイエンステクノロジー(NCST)という、国立の科学技術研究所のような組織があるんですが、そのメンバーが自分でポータブルな水質検査機器を作って現場に持ち込んで測っているんですよ。彼らは非常に問題意識が高いし、意欲も技術もあって、新しい分析手法を開発しているんですが、高い技術を持った日本の機器メーカーと協力し合って実用化できることをとても期待しています。

ところでベトナムといえば、これは私自身も体験したのですが、トイレで「尿」と「屎」を分離しているんですよ。尿は前方へ流れていき、便は下に落ちる。落ちたところへ木くずを入れて乾燥させてから取り出す。それを農業なんかに使ったりするんです。私は、日本でも尿尿分離をすべきだと提案しています。富栄養化や環境ホルモンの問題を考えると、下水道には尿は入れないようにすべきなんです。水循環についての大きな問題の解決策を、ここでは何十年も前から実施しているんだと、大変勉強になりました。

— 情報産業の分野ではアメリカが圧倒的にリーダーシップをとってきました。では我々は何ができるかということを見ると、「環境」という側面で国際的な貢献をしていくことではないかと思えます。

まさにそのとおりです。測るだけではなく、測って何ができるかというコンテンツの構築をするプロジェクト的なものを、産・官・学が協力し合って実現すべきだと思います。それによって、環境計測の分野で日本がリーダーシップをとることができるのではないのでしょうか。

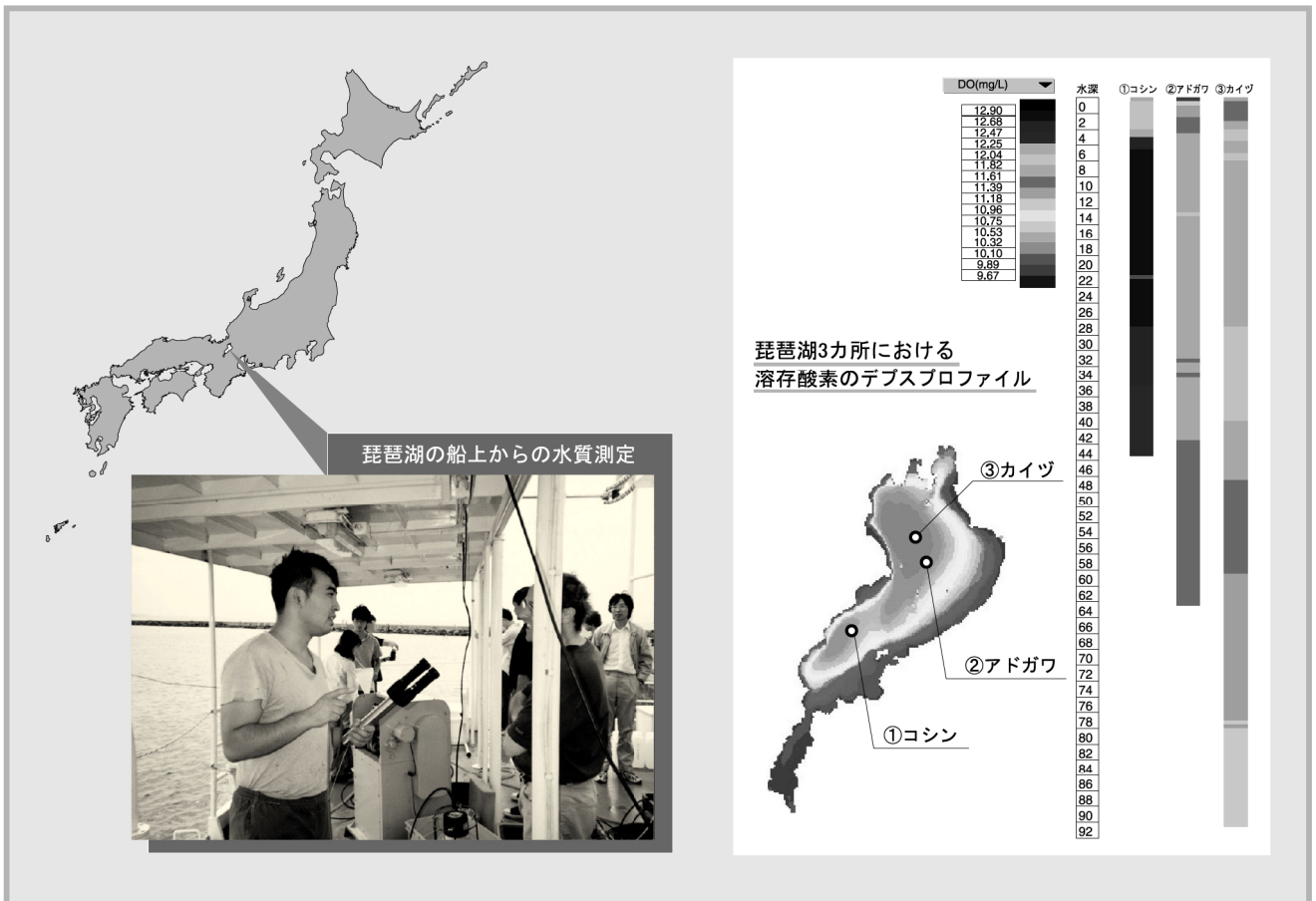
— ありがとうございます。

湖沼の水質観測と可搬型水質モニタ

Water Quality Observation of Lakes and Marshes, and Portable Water Quality Monitor

山敷庸亮*, 小林剛士

* (財) 国際湖沼環境委員会



要旨

世界の湖沼では、富栄養化や化学物質汚染が共通の問題とされている。これらの環境問題に取り組む上では、基礎となる水質指標の正確な把握が必要不可欠である。本稿では、湖沼の水質評価に必要とされる測定項目、これらの中でも重要な項目を現場で測定できるマルチ水質モニタリングシステムU-23の概要、さらに、U-23を使って琵琶湖とアルゼンチン・サンロケダムでの実測例を紹介する。実測結果から、アオコの発生しているサンロケダムでは湖底の溶存酸素が著しく低下していることがわかる。U-23の測定結果から、琵琶湖の湖底では、溶存酸素濃度が低下していないが、今後も継続して測定する必要がある。

Abstract

Eutrophication and chemical contamination are two common problems in lakes and marshes worldwide. To cope with these environmental issues, it is essential to have an accurate index of water quality. Here, we will discuss the measurements necessary for the water quality analysis of lakes and marshes, and describe the U-23 Water Quality Multi-Monitoring System which provides on-site measurement of critical water properties. Application of the U-23 system to Japan's Lake Biwa and the San Roque Reservoir in Argentina is illustrated. It is seen that the San Roque Reservoir, where waterbloom prevails, has deteriorated through the increase of oxygen content at its depths. This suggests that even though the concentration of dissolved oxygen hasn't increased in Lake Biwa, continuous observation in the future is necessary.

1 はじめに

地球上には、バイカル湖や北米五大湖のような巨大湖から、わずか数平方キロメートルの小さな湖にいたるまで、数百万の天然湖沼と人工湖がある。人間生活に欠かすことができない淡水の90%以上は湖に蓄えられている。¹⁾ これら湖沼は、飲料や生活用水の他にも、発電や農業用水など多くの目的に活用されている。一方で、人類の諸活動もたらす汚染が自然の浄化能力を越えてしまい、湖沼の富栄養化や化学物質汚染が人類共通の問題となっている。

2 湖沼問題において必要とされる測定項目

(財)国際湖沼環境委員会(ILEC)と国連環境計画(UNEP)が共同で行っている「世界湖沼現状調査」の結果から、世界の湖沼問題について、6つの主要な課題(酸性化、水位の低下、富栄養化、固有な生態系の破壊、土砂の流入、毒性化学物質による汚染)が指摘されている。

酸性化とは、大気中の窒素酸化物や硫黄酸化物によって酸性化した降雨や、流域の工場排水などによって湖そのもののpHが低下し、固有生態系が破壊される現象で、スカンジナビア半島の湖沼やイタリアのオルタ湖で問題になっている。水位の低下は、灌漑用水確保のための導水や気候の変化などにより、湖に対する流入量より蒸散量・流出量が上回り、湖の水位が低下する現象で、中央アジアのアラル海やアフリカのチャド湖等で問題になっている。また富栄養化は、生活排水や工場・農業排水などが湖沼に流入し、湖の栄養塩濃度が著しく増加し、有害なプランクトンが発生したり、水草が異常繁殖する現象で、日本では諏訪湖や琵琶湖の南湖で、海外では中国の主要な湖や南米の人工貯水池で大きな問題になっている。

酸性化した湖沼の評価にはpH測定が欠かせず、また、水位の低下した湖沼は塩分濃度が上昇する。富栄養化した湖沼は、たとえば溶存酸素やpH、そして窒素・リン酸・クロロフィルaなどの測定が必要になる。

このような点を踏まえて、湖沼におけるモニタリング項目は、分類すると大きく以下のとおりである。

- ① 物理指標 : 水温, 透明度
- ② 基礎水質指標 : pH, 電気導電率, 溶存酸素, 濁度
- ③ 富栄養化指標 : 窒素(全窒素, アンモニア・硝酸体性窒素), リン(全リン, リン酸等), COD/BOD, クロロフィルa
- ④ 生物学的指標 : プランクトン組成, 魚類やその他の水生生物や植物の分布調査
- ⑤ 微量汚染物質 : 重金属, 農薬, 有機汚染物質(PCBなど)

中でも、①～③の項目を可搬型のモニタリング装置で測定できれば、飛躍的に湖沼の水質改善に貢献することが予測される。④に関しては、動植物の専門的知識を持った人の観測および調査により得られるものであり、⑤は現場で

測定できる機器はなく、サンプルを持ち帰り高性能液体クロマトグラフィー(HPLC)などで分析する必要がある。

3 マルチ水質モニタリングシステム U-23

1997年、ILECは(社)日本環境技術協会に多項目プロファイルの開発要請を行った。この要請にも応える形でホリバにおいて開発された、マルチ水質モニタリングシステムU-23(図1)は、物理的指標、基礎水質指標と、富栄養化指標の一つである硝酸イオンが測定できる。表1にU-23の測定項目と測定原理を示す。



図1 マルチ水質モニタリングシステム U-23
The U-20 Series Multi-water Quality Monitoring System

Measurement item	Measurement method
pH	Glass electrode method
Dissolved oxygen	Diaphragm galvanic battery method
Conductivity	4 AC electrode method
Salinity	Conductivity conversion
Total Dissolved Solids(TDS)	Conductivity conversion
Swawater specific gravity	Conductivity conversion
Temperature	Thermistor method
Turbidity	Penetration and scattering method
Water depth	Pressure method
Oxidation reduction potential (ORP)	Platinum electrode method
Ion (NO ₃ ⁺ , Cl ⁻ , Ca ²⁺ , F ⁻ , K ⁺ , NH ₃ ⁺)	Ion electrode method

表1 U-23の測定項目と測定原理

Measurement items and measurement method of the U-23

U-23は、水深100mまでの圧力に耐え、最大13項目を同時に測定できる、可搬型のマルチ水質モニタリングシステムである。水深100mで正確に測定するために、pH/ORPセンサの比較電極には圧力補償膜を設けている。DOセンサは、流速によって指示値が影響を受けないように、電極部(カソード)の小型化をはかり、従来のようにセンサを上下に動かすという操作が不要である。

また、このタイプの水質計では世界ではじめて、3成分のイオンが同時に測定でき、硝酸、カルシウム、塩化物、フッ化物、カリウム、アンモニアの6つの成分から必要な成分を選び利用することができる。なお、アンモニアセンサは水中のアンモニアガスを測定するため、通常のサンプルではサンプルを汲み取って、アルカリ化剤を添加する必要がある。

センサプローブ内部には、電池とメモリを持ち、連続1カ月モニタリングが可能である。さらに、全地球位置把握システム(GPS)との接続機能を持っており、測定箇所の緯度・経度に深さ情報を合わせて、3次元マッピングも可能である。

4 現地観測の実例

4.1 琵琶湖における観測

琵琶湖では、小型船舶を用いて琵琶湖全体の水温及び水質諸項目の調査を行っている。従来の鉛直プロファイラといわれる測定機器は概して大型で、大きなセンサやポンプを内蔵している。取り扱いには、ウインチを備えた大型船が必要で、小型の船舶では限界があった。

U-23を導入することによって、小型の船舶でも十分扱えるようになり、浅い内湾(赤野井湾など)を含め湖のあらゆる場所での観測が可能となった。

筆者らは、2000年4月19日に、U-23を使って、琵琶湖の湖心、安曇川沖、海津沖の3カ所(図2)で深さ方向の水質状況を測定した。

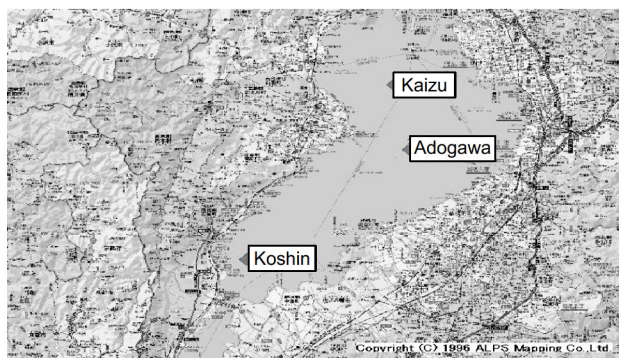


図2 琵琶湖における水質測定ポイント
Water quality measurement points in Lake Biwa

測定時期が4月ということで、水温分布は、成層の発達する5月~10月に比較して明瞭ではないが、表層の水温が比較的高くなっている(図3)。溶存酸素は、アルゼンチンの湖沼に比較して湖底部分でそれほど低くなっていない(図4)。これは、湖底部から栄養塩の溶出がそれほど多くないためと考えられるが、湖底での溶存酸素の濃度が低くなると、琵琶湖北湖も富栄養に転ずる危険性があると考えられている。

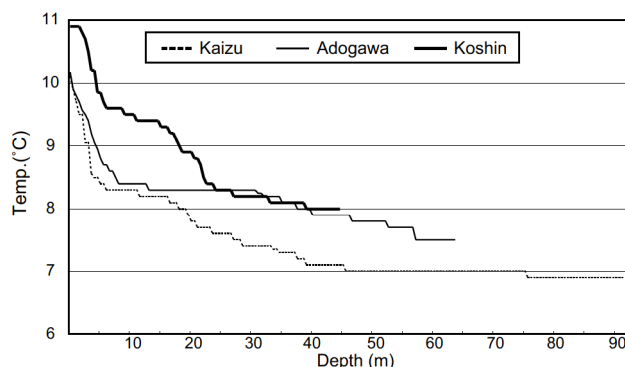


図3 水温の分布
Vertical distribution of the water temperature

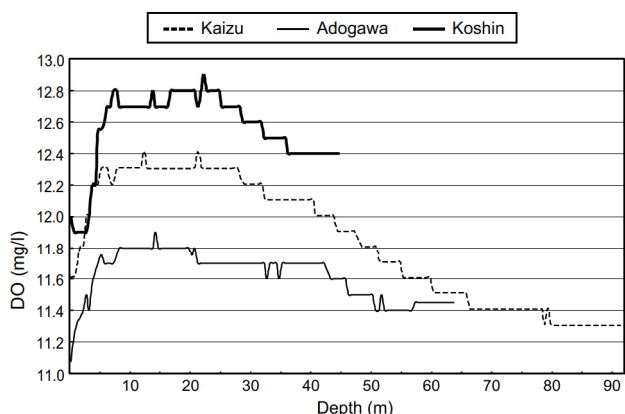


図4 溶存酸素の分布
Vertical distribution of the dissolved oxygen

この他、pHやNO₃イオン濃度など合計9項目についても同時に測定を行っており、U-2001に付属されているパソコンソフトを使うと、データの比較が容易に把握、判断する事ができる。図5に測定結果の表示例を示す。

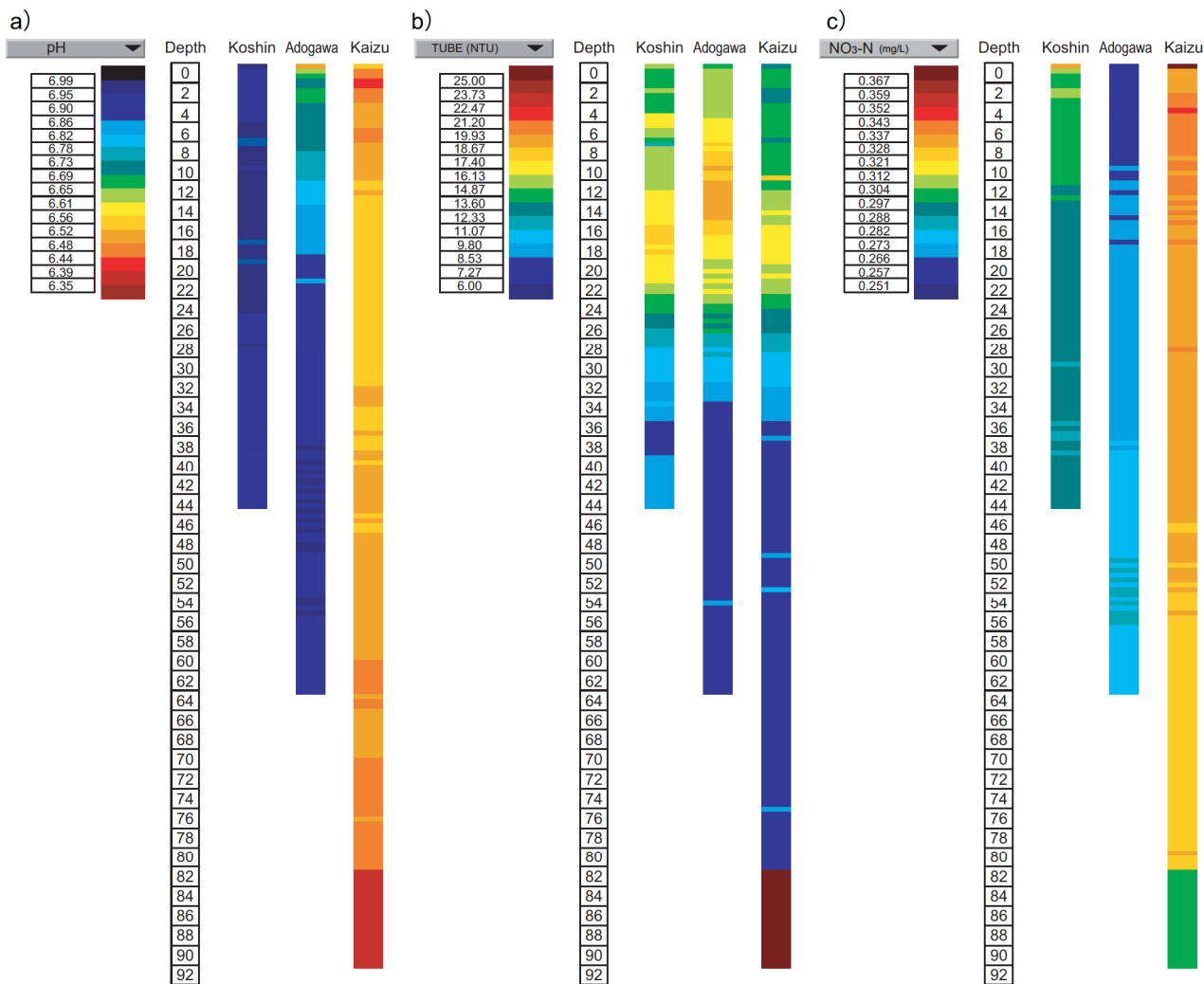


図5 pH, 濁度, NO₃イオン分布の3次元表示

a) pH, b) 濁度, c) NO₃イオン

Three-dimensional display of pH, turbidity and nitrate ion concentration

a)pH, b)Turbidity, c) NO₃Ion

4.2 アルゼンチン・サンロケダムにおける観測

サンロケダムは、アルゼンチン第二の都市であるコルドバ市に近く、同国中西部に位置する。乾燥地域である同地域では、サンロケ貯水池が唯一の水源地であり、Suquia川により接続されている。サンロケダムは南緯31度20分、西経64度28分に位置する表面積16km²、平均水深16mの多目的ダム貯水池で、南米最古の貯水池として1884年に建設された。1754km²の面積を持つ同貯水池の集水域からの汚濁負荷は、San Antonio, Cosquin, Las Mojaras, Los Chorrillos川により貯水池に流入する。同貯水池は1960年以來、ひどいアオコの発生に悩まされている。とくにダム堤体付近は冬場においてもアオコの発生が見られる。現

在、この湖ではアオコの発生による湖生態系の破壊及び上水道源の汚染が大きな問題になっている。

この湖の Los Chorrillos 川流入口付近で U-23 を使った測定結果を表2に示す。

溶存酸素濃度が湖底部分で極端に低下しており、表面での過飽和と湖底部の無酸素化というアオコが発生した湖沼の特徴的な傾向がみられる。その他にも、上層部では光合成がさかんなため、pHが高くなっていることがわかる。

Depth (m)	pH	COND (mS/cm)	TURB (NTU)	DO (mg/L)	Temp (°C)	Cl ⁻ (mg/l)	Ca ²⁺ (mg/l)	NO ₃ ⁻ (mg/l)
0.2	8.7	0.201	30	10.70	25.7	1.07	1.24	0.90
1.0	8.6	0.209	30	11.20	25.2	1.06	1.29	0.97
2.0	8.9	0.185	38	9.00	24.3	1.02	1.52	1.10
3.0	8.8	0.184	37	7.80	24.2	0.98	2.09	1.12
4.0	8.8	0.184	40	7.80	24.2	0.96	3.28	1.11
5.0	8.6	0.206	50	7.20	23.8	1.05	4.53	0.99
6.0	7.8	0.291	75	1.90	22.6	1.22	5.46	0.87
7.0	7.6	0.320	60	1.86	22.4	1.28	5.07	0.87
8.0	7.6	0.323	80	1.70	22.2	1.36	4.55	0.82
9.0	7.6	0.327	95	0.50	22.2	1.36	4.30	0.79
10.0	7.5	0.329	116	0.08	22.1	1.30	4.08	0.77

表2 アルゼンチンのサンロケダムの水質測定結果

Measurement result of water quality at San Roque Reservoir in Argentina

5 おわりに

従来、湖沼の酸性化や富栄養化などの環境問題は発生してから対策しているが、この原因の一つに測定機器類の大きさがかりさにあると考えている。

本稿で紹介したU-23のような小型で可搬型の機器で分析ができることは、多くのメリットを生み出す。例えば、サンプルを研究室に持ち帰って大型の測定装置や手分析法を使うと、煩雑なサンプリングが必要となり、ランニングコストも非常に高くなってしまふ。近い将来には、現場で得られた測定結果を多面的、速やかに解析し、直ちに警告や注意報を発令することによって、環境破壊を未然に防ぐことも可能になると期待されている。

今後は、富栄養化指標として注目されているクロロフィルa、さらには、環境ホルモンなどの微量汚染汚染物質などについてもより簡便な分析技術・機器が望まれている。一方で、得られた測定結果をどう評価し、環境保全に結びつけていくのか。いわばソフト面の充実が求められている。

このためには、本稿で紹介したように、グローバルな観点から湖沼を研究し対応策を企画する者と、これを支える計測機器メーカーが協力し合うことにより、きれいな水環境の実現に貢献できるものと考えている。

参考文献

- 1) 吉良竜夫
「世界の湖の環境問題」
人間環境科学 / Vol. 7 (1988)
手塚山学園環境科学研究所



山敷庸亮

Yosuke YAMASHIKI, Ph.D.
(財)国際湖沼環境委員会 (ILEC)
国際環境技術センター (ITEC)
UNEP-IETC/ILEC協力企画官
工学博士



小林剛士

Takeshi KOBAYASHI
堀場製作所
LA・pHプロジェクト

ホリバの赤外線技術と応用機器

Horiba's Infrared Technology and its Applications

堤 憲彦

要旨

ホリバが大きく飛躍した原動力の一つは、赤外線を利用した計測技術を確立したことである。自動車の排ガス測定装置、鉄鋼中の炭素・硫黄分析計、フーリエ変換型赤外分光光度計などの分析機器、さらに赤外線放射温度計など、赤外技術に基づく製品が数多くある。ホリバの特長は、それらの心臓部とも言える赤外線センサを自社で開発・生産し、各機器に適用している点である。本稿では、赤外線センサの開発状況と、放射温度計ITシリーズ、および人体センサー付電源リモコン(ついちゃうもん)を例に、ホリバの赤外線応用製品・技術の開発状況を紹介する。

Abstract

An important segment of Horiba's business comes from the company's innovation and experience in measurement of infrared radiation. Horiba makes a wide variety of analysis and measurement products based on infrared technology; they include motor exhaust gas analyzer (MEXA), carbon/sulfur analyzers for iron and steel, Fourier-conversion infrared spectrum photometers, and infrared thermometers. These products rely on infrared sensors that are designed and produced by Horiba. This article discusses the development of Horiba's infrared sensors and applications of the technology. Two examples are detailed: the IT series infrared thermometer, and a new infrared remote power controller named "Tsuicyaumon."

1 はじめに

赤外線は、1800年に天文学者F. W. ハーシェルによって発見されて以来、さまざまな応用技術が開発されてきた。赤外線は、波長が0.1mmの遠赤外線から1 μ mの近赤外線まで非常に幅広く分布しており、用途に合わせて種々の波長の赤外線を利用している。計測分野では、赤外線と物質との相互作用を利用して、形状、温度、組成など物理化学的な状態を測定したり、得られたデータを伝送するために使われている。

ホリバは、自動車排ガス測定装置を中心とする各種の非分散型赤外線ガス分析計(NDIR)を様々な分野に提供し、優れた性能と実績に対して高い評価をいただいている。また、これらの分析機器を支える、赤外線センサ、多層膜干渉フィルタ、アルカリハライド結晶などのキーコンポーネントを独自に研究開発し、放射温度計や人体検知器などの応用製品へ展開を図っている。とくに、昨年発足した新事業統括センターでは、赤外線センサと応用機器を、研究開発から生産販売まで全ての機能を集約し、コンシューマ関連事業の一層積極的な展開を図っている。

2 赤外線センサ

赤外線センサは、熱型と量子型とに大別される。熱型検出器にはサーモパイル、パイロセンサ、サーミスタボロメータなどがある。このタイプは、全波長領域にわたって感応するが、量子型に比べると、応答が遅く感度が低い。一方、量子型検出器はPbS、InSbなどの半導体タイプで、感応波長に限界があり、冷却する必要がある。両者は用途によって選択する。ホリバは、高感度で、信頼性の高いパイロセンサ、サーモパイル、ニューマティックセンサを開発生産している。

近年、計測機器が高度化・多様化するとともに、赤外線センサに対しても、より高感度で高速応答性が求められている。また、アレイ化やインテリジェント化などセンサの多機能化は避けられない。これらのニーズに対し、ホリバはマイクロマシニング技術と薄膜技術を駆使して、新たな薄膜タイプの赤外線センサの研究開発を進めている。

2.1 薄膜パイロエレクトリックセンサ

パイロセンサは、赤外線が照射されて素子の温度が変化することにより、電荷が誘起される現象(焦電効果)を利用したセンサである。ホリバは焦電材料としては、高感度でかつ安定性の高いPZT(チタン酸ジルコン酸鉛)を使っている。

薄膜パイロ実現の最大の技術課題は、高い焦電係数を持ち、安定なPZT薄膜を形成する点にある。ホリバは有機金属化学気相法(MOCVD)を用いて、C-軸配向したPZT結晶性薄膜のエピタキシャルグロース技術を確立した。このPZT薄膜パイロセンサの性能は、従来のバルク型のパイロセンサに比べて同等以上のレベルに達している。現在、当社の主力製品であるガス分析計へも適用している。

2.2 Siサーモパイル

熱電対は、異種金属を接続し接合点間に温度差があると熱起電力が発生する、いわゆるゼーベック効果を利用している。サーモパイルは、多数の熱電対を直列につないで出力を大きくしたものである。従来、サーモパイルには、ビスマス-アンチモンなど高い熱電能を持った金属が使われていたが、化学的・熱的な処理を含むマイクロマシーニングには適していない。そこで、ホリバはSi基板の上にアルミニウムとポリシリコンの熱電対群を形成し、異方性エッチングすることにより、高感度・高速応答のSiサーモパイルを開発した。さらに、アレー化に向けて開発を進めている。

3 応用機器の開発

赤外線技術を使った応用機器の潜在的な市場は、はかりしれないほど大きい。しかし、赤外線が目に見えないこともあり、具体的な用途が十分に開拓されているとは言いがたい。

新事業統括センターは、ホリバが永年蓄積してきた赤外線技術をベースにとり、高性能でかつユニークな応用製品を開発し、新たな用途を掘り起こしている。

3.1 赤外線放射温度計

温度計測には、センサを物体に直接接触する方法と、非接触で測定する方法の2種類がある。接触式は、被測定対象物にセンサを直接接触させるため、測定精度は高いが、動くものの測定は困難である。一方、非接触式には低温から高温までを素早く測定できる利点がある。とくに、動くものを離れたところから測定できるため、生産ラインの温度監視に適している。また、非破壊で測定できるため、衛生安全面からも食品分野に好都合である。

赤外線放射温度計は、物質の表面から放出される電磁波を赤外線センサで検出し、温度に換算して表示するものである。センサにはサーモパイルが使われている。放射温度計には設置型とハンディ型の2種類がある。設置型は主に生産ラインにおける品質管理に、ハンディ型は、文字通り

どこにでも持ち運んで、プリント基板の異常部品特定や、食材の温度確認に利用されている。

ホリバは、1987年にハンディ放射温度計IT-300シリーズを製品化して以来、優れた基盤技術とユニークなアイデアで、放射温度計の新たな市場の開拓に努めている。とくに、このたび製品ラインアップした超小型非接触温度センサIT-450シリーズは、徹底した機能重視の仕様で、生産ラインにおけるオンライン温度モニタとして期待されている。

3.2 人体センサー付き電源リモコン『ついちゃうもん』

夜遅く家に帰ってきた時に、手探りで照明のスイッチを探すのは大変である。そんな時に、人を感知して自動的に照明がつけば良いのと思う。こんな身近なニーズから生まれたのが人体センサー付き電源リモコン『ついちゃうもん』である。

この類の製品はいくつか市販されている。しかし、それらは、いざ実際に取り付けようとすると、照明器具を買い換えたり電気工事を伴ったりで、素人では難しい。最近のパソコンと同様、「だれもが容易に扱えるものでなければならぬ」というのが、ついちゃうもん開発の原点である。

ついちゃうもんは、送信器と受信器から構成されている。送信器に内蔵されたパイロセンサが人体から放射される赤外線を検出し、受信器に信号を送り、照明器具や壁コンセントをON/OFFさせる。そして、受信器と送信器の間は近赤外線通信する。赤外線で人を感知し、近赤外線通信する。まさに光のボタンタッチである。

『ついちゃうもん』は、生活の利便性だけでなく、介護や防犯などユーザ自身が新たに使い方を工夫する、いわば、用途創造形の商品である。皆様も一度試してみたいでしょうか!

4 おわりに

以上、ホリバの赤外線センサと応用製品の開発状況を紹介した。新事業統括センターはこの他に、運送会社向けにITを推進する運行管理システム(デジタルタコグラフHIT-700シリーズ)や、床や塗装面のつやを測定する光沢計など、どちらかと言うとコンシューマに近い製品を担当している。本稿を通して、「キーテクノロジーは自社で育成し、ニーズを先取りした応用製品を市場に送り出す」という、ホリバの技術・製品開発の基本姿勢を読み取っていただければ幸いである。



堤 憲彦

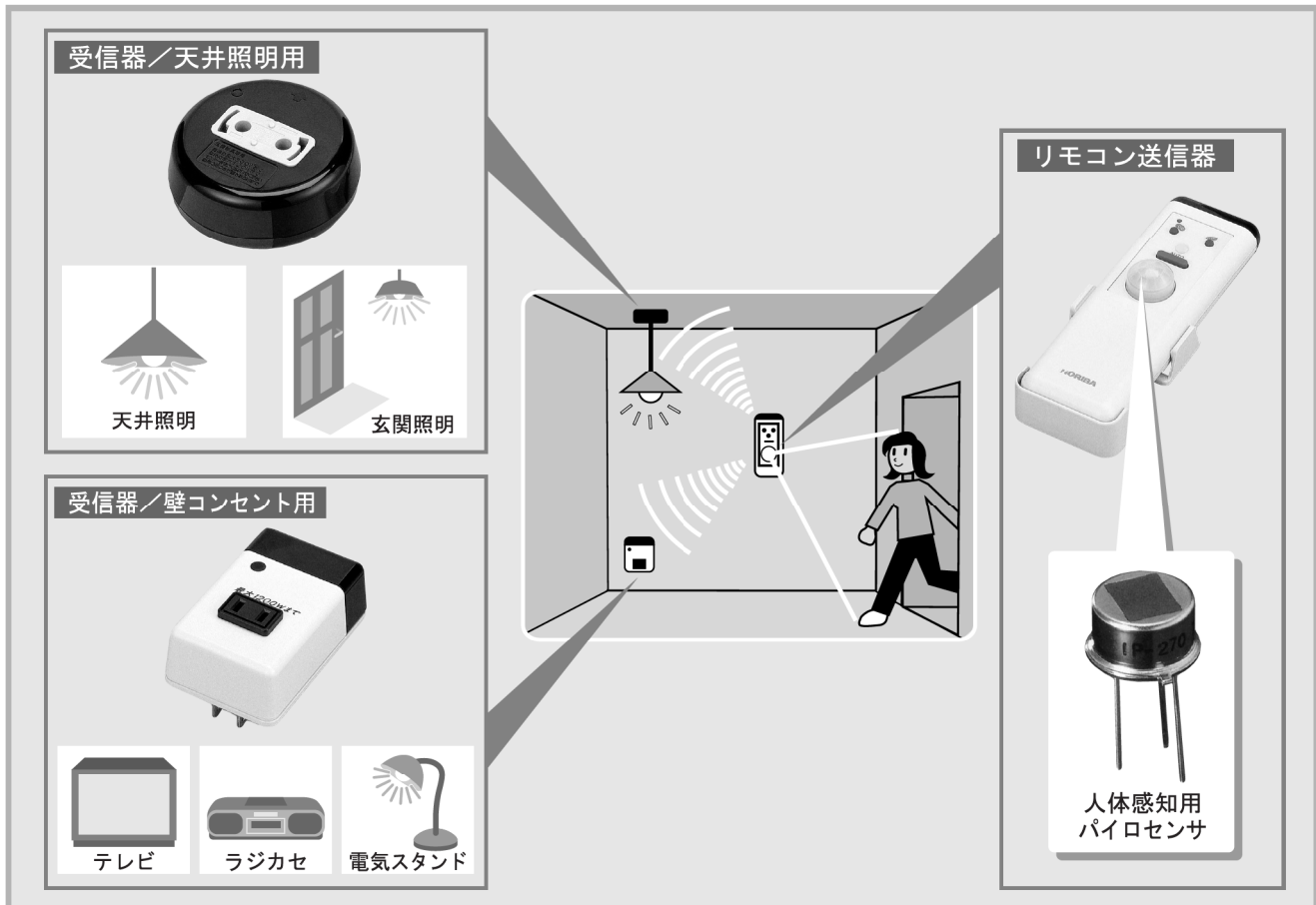
Norihiko TSUTSUMI

新事業統括センター
開発部
部長

人体センサ付電源リモコン ついちゃうもん

Tsuichaumon – Human-Sensing Power Controller

岡本 一隆



要旨

ホリバは赤外線技術を応用した「人体センサ付電源リモコンついちゃうもん」を開発した。本製品は、人の動きを赤外線センサで感知して、部屋の照明やオーディオ機器などを自動的にON/OFFし、しかも面倒な電気工事など一切不要で、天井の照明器具用端子や電気器具用壁コンセントにワンタッチで取り付けることのできる、簡単・便利なりモコンスイッチである。

ここでは、本製品の動作原理、特長的な機能、さらに幅広い用途について紹介する。

Abstract

The Tsuichaumon uses an infrared detector to detect nearby human movement and turns connected room lighting or appliances on and off automatically. No troublesome and expensive electrical installation is required. It is a convenient remote control switch that can be easily attached to a ceiling lamp terminal to control lighting, or to a wall outlet to control appliances. In the following pages we present the variety of applications and distinctive functions of Tsuichaumon and describe details of its operating principles.

1 はじめに

人類が神から火を使う特権を与えられ、火をあかりとして活用する術を知って以来、照明の技術はたいへん進歩し便利なものとなった。天井に吊るされた電灯を、長く伸ばしたひもで消したのは昔の話で、今では、リモコンを使ってついたり消したりすることができる。

そんな電気製品がとりまく私たちの生活環境を、さらに快適、かつ多機能にするために開発されたのが「人体センサ付電源リモコン（愛称：ついちゃうもん）」である。

本製品は人体から放射される赤外線を検出して、部屋の照明器具をON/OFFする遠隔スイッチである。現在、赤外線や超音波を使った制御機器がいくつか市販されているが、これらには高価なものも多く、いずれも電気工事を必要とした。

「照明器具を自動照明やリモコン照明に変えてみたい」、「特別な専門知識をもたないで、だれもが簡単に取扱することができるリモートスイッチが欲しい」このような市場ニーズを背景に開発したのがついちゃうもんである。



図1 リモコン送信器

Remote control transmitter

(a) 天井照明用 (IS-200) (b) 壁コンセント用 (IS-100)
IS-200 Ceiling lamp type Receiver IS-100 Wall outlet type receiver



図2 受信器

Receiver

照明器具の他に、ラジオやテレビ、換気扇など電気器具の手軽なりモートスイッチとしても適している。

リモコン送信器（以下、リモコン）には赤外線センサを内蔵されており、人が部屋に入り在室している間は照明を点灯し、人がいなくなって5分間が経過すると自動的に消灯するタイマ機能がある（接続する電気器具が照明の場合）。さらに、照度センサも備えており、周囲が暗いと判断した時だけに、人体を感知して照明を点灯させることも可能である。もちろん、従来のリモコンと同様に、手動でもON/OFFすることができる。表1に、本製品の主な仕様を示す。

2 機器構成

本製品は、二つのユニットから構成されているが、一つは人体の動きを感知して電気器具への電源のON/OFFの命令信号を送信するリモコン送信器(図1)であり、もう一つはこの信号を受信して器具への送電を制御する受信器(図2)である。

受信器には、天井のシーリング(端子)と照明器具との間に取り付けるタイプの「天井照明用受信器(IS-200)」（図2a）と、壁のコンセントに取り付けてこれに電気器具のプラグを差し込むタイプの「壁コンセント用受信器(IS-100)」（図2b）の2機種が用意されている。壁コンセントのタイプは

品名	人体センサ付電源リモコン		
名称	ついちゃうもん		
	リモコン (送信器) (リモコンホルダ含まず)	本体 (受信器)	
タイプ (形式)	(壁用/天井用とも)	壁用 (IS-100)	天井用 (IS-200)
外形寸法	151×50×30mm	90×58×35mm (差込プラグ含まず)	φ 100×41mm (端子含まず)
電源	DC3V (単3乾電池2本)	AC100V 50/60Hz	
消費電流	200μA 以下 (待機電流にて)	0.01A 以下 (待機電流にて)	0.01A 以下 (待機電流にて)
質量	約 60g (乾電池含まず)	約 90g	約 165g
定格	—	最大 1200W まで 白熱電球は 300W まで	最大 300W まで インバータ照明器具 120W まで
動作距離	約 5m (リモコンと本体間) (使用条件によって異なる)		
許認可	—	電気用品取締法 (▽41-22045)	電気用品取締法 (▽41-22480)

表1 定格・仕様

Rating and Specifications

3 基本機能

リモコンの操作パネルは“ついちゃうもん”キャラクターの顔に見立ててあり、この顔の部分に「ON」「OFF」「AUTO」の3つの操作ボタンになったシンプルで使いやすいデザインである(図3)。

「ON」を押すと受信器に接続されている電気器具に電力を連続して供給し、「OFF」を押すと供給を停止する。この機能は従来の手動のリモートコントローラと同じ機能である。

一方「AUTO」を押すと、人体から放射される赤外線を検出する赤外線センサと連動するようになり、人が部屋に入ると電気器具への送電を命令する信号を受信器に送り、電力供給を開始する。また、人が退出したりベッドで眠りにつくなど人の動きがなくなったと判断すると、5分後に電力供給停止の信号を送り、再度人を感じする待受状態に戻る。このように、リモコンは、「電力供給」または「電力供給の停止」の2種類の命令を受信器に送信して、電気器具のON/OFFを行う。

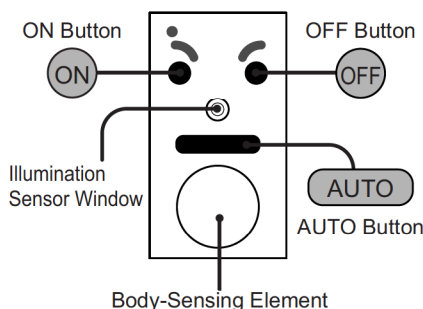


図3 ついちゃうもんキャラクターのスイッチ配置
Features on the face of the Tsuichau-mon transmitter

4 人体感知

本製品は赤外線の放射を利用して人体を感知するが、ここで使われている光学系は、ホリバが永年にわたって培ってきた赤外線技術を駆使している。

(1) 焦電型赤外線センサ

人体感知に使っているセンサは、焦電型赤外線センサという熱型の赤外線センサの一種で、検出素子としては、PZT(チタン酸ジルコン酸鉛)と呼ばれる機能性セラミックを使用している。素子に赤外線が入射すると、素子の温度が上昇し、素子の表面に電荷が発生(焦電効果)する。この電荷を電気信号に変換し、人の動きを感知する。

(2) 赤外線フィルタ

人体から放射される赤外線は非常に微弱なため、周囲の光(太陽光や照明)と分離する必要がある。人体からは約9 μm帯の波長の赤外線が放射されているが、本製品は、この波長帯の光だけを効率よく透過させる赤外線フィルタを赤外線センサの透過窓として取り付け、人の動きだけを選択的に取り出している。なお、ホリバの赤外線センサや

フィルタは、侵入者警報器用や赤外線式ガス分析計の分野で広く使われており、高い評価を得ている。

(3) フレネルレンズ

さらに、集光レンズとして高密度ポリエチレン製のドーム型マルチフレネルレンズを使い、赤外線を集めている。図4に人体の感知範囲を示す。

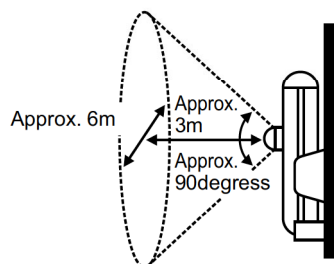


図4 人体の感知範囲
Detection range

ついちゃうもんは、これらホリバ独自の赤外線技術を集積することにより、広範囲にわたる人のわずかな動きを高感度に感知することが可能となった。

図5はリモコン送信器の内部構造を示したものである。

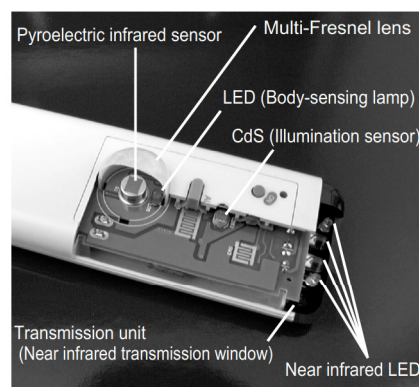


図5 リモコン送信器の内部部品配置
Internal components of the remote control transmitter

5 通信回路

リモコンと受信器との間は近赤外線を使って通信をしている。

5.1 送信器

リモコン送信器では、赤外線センサの出力をバンドパスフィルタ・電圧アンプ・コンパレータを通過後、送信用CPUで人の存在の有無を判断し、受信器へ電源ONまたはOFFの命令信号を送信する。図6(リモコン送信器)に送信器の信号処理・通信回路のブロックダイアグラムを示す。

通信には、テレビやエアコンなどのリモコンと同様に、波長約1 μm帯の近赤外線を使用している。本製品では、発光素子としての高出力LEDを2個ずつ互いに直交する形で4個配置し、リモコンが壁掛け・手持ち・机上置きなどいずれの場合にもうまく作動するように設計している。さらに、リモコンと受信器の間に人が偶然入り込んだ場合にも通信ミスが生じないように、約2秒間に4回の繰り返し、合計5回送信し、通信の確度を高めている。

5.2 受信器

リモコンから送信された近赤外線は受信器の受光素子(フォトダイオード)で受信され、レベル反転後、受信用CPUに入力する。受信用CPUでは、送信された情報が電力の「供給命令」か「停止命令」かを判断し、電気器具への電力供給を制御するリレーの開閉を行っている。(図6 受信器)。

発光素子および受光素子それぞれの指向特性を考慮して、リモコンと受信器の適切な配置関係を図7に示す。

このように、ついちゃうもんでは近赤外線通信を使用しているため、周囲の電気器具に電波障害を与えることがなく、とくに各種の医療機器を備えた病室などでも安心して使用できる。

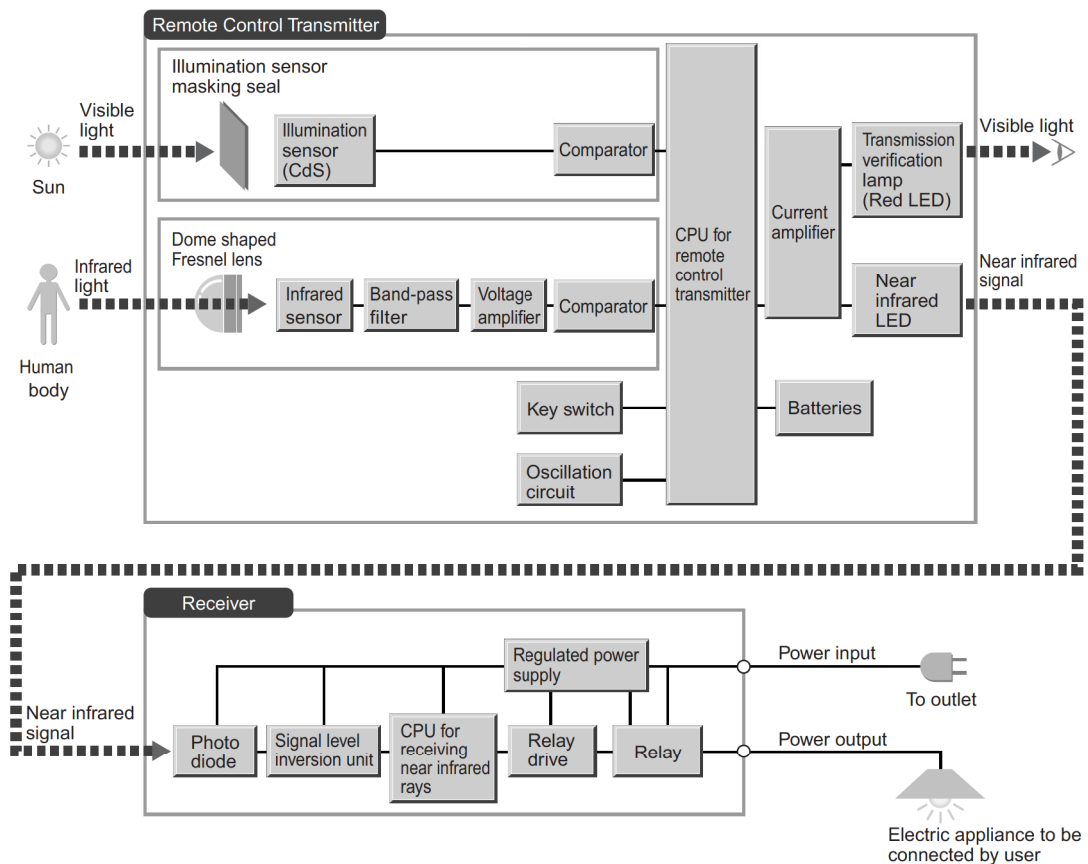
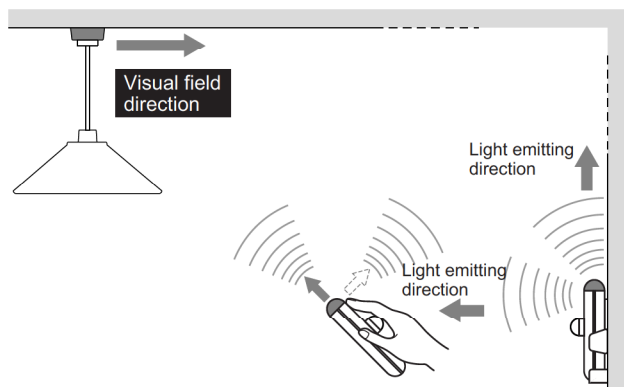
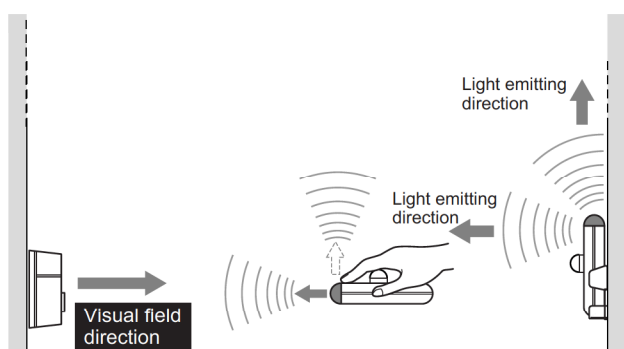


図6 リモコン送信器と受信器のブロックダイアグラム

Block diagram for remote control transmitter and receiver



(a) 天井照明用 (IS-200)
Ceiling lamp type (IS-200)



(b) コンセント用 (IS-100)
Wall outlet type (IS-100)

図7 リモコン送信器と受信器の配置例

Example of arrangement for remote control transmitter and receiver

6 付加機能

さらに、本製品には、便利な「タイミングチャート」が考慮されるとともに「照度センサ」が組み込まれており、確実に安定な動作を得ることが可能となった。

6.1 タイミングチャート

「AUTO」モードでは、人を感知すると電力供給を開始し、人の動きがなくなった時から5分後に電力供給を停止し、再度人を感知する待受状態に戻る。「AUTO」ボタンを押すと、当初10秒間だけ電力を供給した後に、一旦電力供給を停止してから、人感知の待受状態に入る。この機能を「10秒間タイマ」と呼び、これによって次のような用途が広がった。

- (1) 壁スイッチやプルスイッチが正常に設定されているか否かを確認できる。
- (2) オーディオ機器のボリューム調整やチャンネル合わせを行う。
- (3) 就寝時に寝室の照明をつけたままでベッドに入っても、10秒後に自動的に消灯できる。

(4) 夜間の外出時に玄関の施錠を完了したころ、自動的に消灯させる。

なお、5分間を待たずに電力供給を停止したい場合には、「AUTO」で動作中に再度「AUTO」ボタンを押せば、10秒後に電力供給を解除させることも可能である。

6.2 照度センサ

周囲が暗い時だけ、照明器具を点灯させて無駄を省きたい。このようなニーズに応えるために、本製品は、人体センサに加えて照度センサ(硫化カドミウム素子)を備えている。照度センサの前面に貼り付けてある遮光シールをはがすと、周囲が約50lx(ルクス)以下になった時だけ、人体センサの信号を受けて点灯させることもできる。

7 特長

ついちゃうもんには次のような特長がある。

- リモコンに人体センサと操作部が一体化されているので、取り扱いが簡単。
- 受信器は天井のシーリング端子や壁コンセントにワンタッチで取り付けることができ、電気工事が一切不要。
- 自動と手動のモードの切り替えが簡単で、強制的なON/OFFも可能。
- リモコンと受信器の通信には近赤外線を使用しており、周囲に電波障害を及ぼさない。
- リモコンはコードレスなので、人の歩行経路や受信器の取り付け位置に応じて最適な場所へ配置することができる。
- 照度センサにより、周囲が暗い時だけ照明器具を点灯できるので、無駄を防止できる。
- イラスト化した取扱い説明書を補足することにより、若年層からお年寄りまで、誰もが容易に使用することが可能。

8 導入の効果

本製品を販売するにあたり、インターネットを通じてその導入効果や潜在的な用途に関して多くの方々からご意見をいただいた。表2はその一例である。

導入の動機	導入効果			対象者		
	快適性	経済性	安全性	一般	子供	高齢者
使用例						
夜間帰宅時に、玄関内の照明を自動点灯させて行動のためのあかりを確保したい	◎		◎	◎	◎	◎
夜間の帰宅がさみしく、また暗いので身の不安を感じる	◎		◎	◎	○	◎
夜間に部屋を移動する際のあかりを確保したい	◎		◎	◎	◎	◎
照明(トイレなど)の消し忘れを防止したい		◎		○	◎	◎
壁スイッチに手が届かない			◎		◎	◎
高齢のため、夜間に壁スイッチの場所がわかりづらい			◎			◎
壁スイッチの設置場所が悪いので、消灯後に暗闇を手探りで歩かなければならない	◎			◎	◎	◎
リモコン照明を使っているが、リモコンの置き場所を忘れて点灯にとまどう	○			○	○	○
玄関に來客や不審者があってもわかりづらい			◎	○		○
夜間就寝時にオートボタンを押せば、ベッドに入った頃(約10秒後)に消灯できる	○		○	○	○	○
夜間外出時にオートボタンを押せば、施錠の後(約10秒後)に自動的に消灯できる	○		○	○		
リモコン照明にしたいが、照明器具の買い替えに費用がかかる	○	○		○	○	○
寝たきりのため、ひとりで照明器具が制御できない	○	○		○	○	○

表2 導入効果

Suggested features and applications

9 おわりに

ついちゃうもんは、人の動きを赤外線で感知し、得られた信号を近赤外線で通信して、人にあかり(可視光)を提供する—いわば光どうしのボタンタッチを行っていると言える。また時には、周囲の明るさに応じて不要な点灯を控えることも可能である。つまり、さまざまな光をハーモナイズさせ、快適な生活環境を実現させる人体センサ付電源リモコンなのである。

本製品をご愛用いただいているお客様や、これからお使いいただくとする皆様に本稿が少しでもお役に立つことを願ってやまない。



岡本 一隆

Kazutaka OKAMOTO

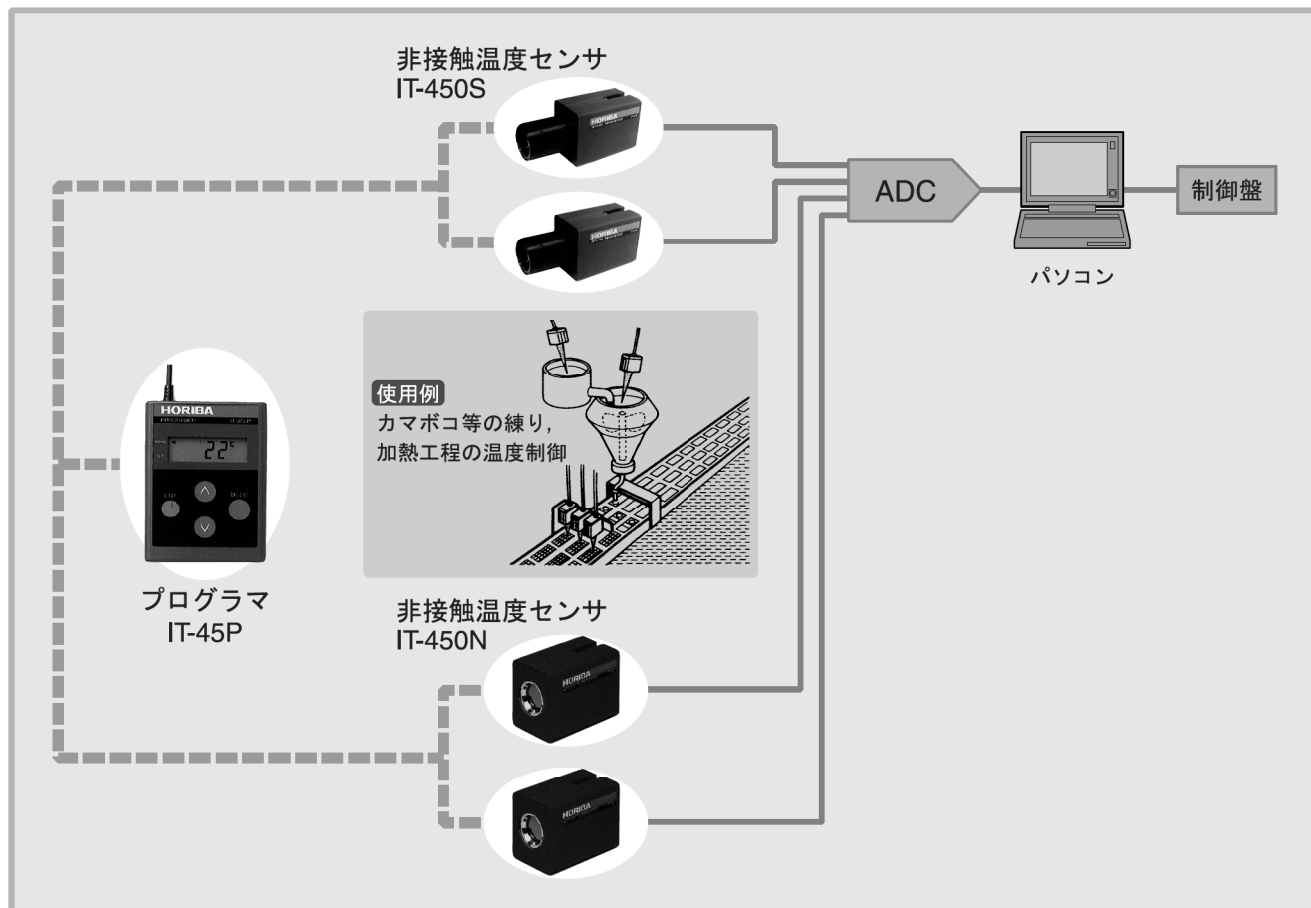
新事業統括センター

開発部

超小型非接触温度センサ IT-450 シリーズ

The IT-450 Series Non-Contact Infrared Thermosensor

大須賀 直博



要旨

生産ラインにおける様々な温度管理にフレキシブルに対応できる超小型非接触温度センサ IT-450 シリーズをラインアップした。IT-450は、徹底した小型で機能重視の設計となっており、温度表示や放射率など測定条件の設定や変更はプログラマを用いて行う。本シリーズには、温度範囲(−50～1000℃)や視野範囲が異なる6機種が用意されており、お客様の用途に合わせて最適な機種、オプションを組み合わせて便利に使用できる。本稿では、IT-450シリーズの設計コンセプト、これを実現したキーテクノロジー、いくつかの応用例を紹介する。

Abstract

Horiba has introduced the IT-450 series non-contact infrared thermosensor which can be used for a variety of temperature controls in production lines. The IT-450 units are small and designed to be functional, allowing programmers to configure and alter measuring conditions of instrument temperature range and emissivity. The series includes 6 types of thermosensors which differ in temperature range(−50 to 1000°C) and visual field, providing a wide selection of options suitable for all customers' needs. In this article we will discuss the IT-450 series' design concepts and key technology, as well as a few examples of its application.

1 はじめに

赤外線放射温度計は、センサをサンプルに直接接触させないでも測定できることから、とくに食品や電子部品などの生産現場において動いている物体の温度監視に効力を発揮する。応答がはやく、サンプルに触れないので衛生的であり、傷をつけることもない。

ホリバは、自動車排ガス分析装置で永年培ってきた赤外線技術をベースに、15年以上前から各種の赤外線放射温度計を開発、製品化してきた。これらが市場に浸透するにしたがい、「我々の生産ラインに直結できる小型で高精度で、無駄のない、しかも拡張性に富んだ温度モニタが欲しい」との要望が急増している。とくに近年は、単なる温度制御以外に、工程全体の管理を目的として使われることも多くなってきている。

ホリバは、これらのニーズを背景に、各種生産ラインの温度制御にフレキシブルに対応できる超小型非接触温度センサ IT-450 シリーズをラインアップした。

45-P) によって行うようにした。温度表示や設定は本体の取り付け時や点検時に通常は不要と判断しこれらの機能は削除した。これにより、超小型化を図り、様々な生産ラインに組み込むことができるようになった。なお、出力は生産ラインでは一般的な4～20mAの電流出力とし、電源電圧も工場で広く使われている12～24Vとした。

図1にIT-450シリーズの本体部を、主な仕様を表1に示す。

光学系は、収差の少ない集光レンズ、低温領域の輻射だけを効率的に透過する多層膜干渉フィルタを窓材としたサーモパイル赤外線センサから構成されている。センサに生じた微弱なアナログ信号は増幅後、リニアな温度目盛りに変換し、アナログ信号を供給する。

また、放射率の設定や、小刻みに変動する温度を安定に測定するためのスムージング機能は、プログラムを接続することによって行う。

2 設計コンセプト

“Simple is Best” が IT-450 シリーズ設計の基本コンセプトである。

生産ライン用の計測機器は、高精度、高い安定性、そしてローコストでなければならない。IT-450は、生産ラインに直結して使うことを前提に設計された、徹底的に機能重視の温度センサである。つまり、温度センサの中心である光学系と信号処理系のみを本体部に集約し、測定結果の表示や測定条件の設定はオプション化したプログラム (IT-



図1 超小型非接触温度センサ IT-450 シリーズ
Non-contact Infrared Thermosensor IT-450 Series

形式	IT-450S/IT-450L	IT-450F	IT-450FH	IT-450N	IT-450NH
測定温度範囲	0～500℃	-50℃～500℃ (0℃以下はプログラムにて 設定変更が必要)	0～1000℃	-50～500℃ (0℃以下はプログラムにて 設定変更が必要)	0～1000℃
電流出力	4～20mA (0～500℃) 負荷インピーダンス300Ω以下	4～20mA (0～500℃) 負荷インピーダンス300Ω以下	4～20mA (0～1000℃) 負荷インピーダンス300Ω以下	4～20mA (0～500℃) 負荷インピーダンス300Ω以下	4～20mA (0～1000℃) 負荷インピーダンス300Ω以下
精度定格*1	±(3+0.1%出力レンジ)℃以内 (0～300℃) ±(2%rdg-3+0.1% 出力レンジ)℃以内 (300～500℃)	±(3+0.1%出力レンジ)℃以内 (0～300℃) ±(1%rdg+0.1% 出力レンジ)℃以内 (300～500℃) ±(10%rdg +3+0.1% 出力レンジ)℃以内 (-50～0℃)	±(3+0.1%出力レンジ)℃以内 (0～300℃) ±(1%rdg+0.1% 出力レンジ)℃以内 (300～1000℃)	±(2+0.1%出力レンジ)℃以内 (0～200℃) ±(1%rdg+0.1% 出力レンジ)℃以内 (200～500℃) ±(10%rdg +3+0.1% 出力レンジ)℃以内 (-50～0℃)	±(2+0.1%出力レンジ)℃以内 (0～200℃) ±(1%rdg+0.1% 出力レンジ)℃以内 (200～1000℃)
測定波長		8～16 μm			
応答時間		0.4s 以内 (95% 応答、移動平均データ数 = 1 の場合)			
使用温湿度範囲		温度 0～55℃、湿度 35～85% (結露なきこと)			
耐水性		IPX-2			

*1：周囲温度 23℃、湿度 55%、放射率 1.000

表1 T-450 シリーズの主な仕様
Specifications

3 キーテクノロジー

このような設計コンセプトを具体化するための技術面のキーポイントを示す。

3.1 光学系

高精度な放射温度計を実現するための基本は、測定対象から放射された赤外線をできる限り効率よく集め、高感度で安定な赤外線センサで検出することである。

(1) 集光系

物体から放射された赤外線は、反射防止コーティングを施したシリコンレンズで集光し、赤外線センサに結像させる。温度計の測定視野は、レンズの焦点距離、センサの視野角、測定対象と温度計の距離などによって決まるが、正確な温度計測を行うためには、被測定領域より小さいことが必要となる。IT-450シリーズでは、図2に示す各種の視野特性をもつ機種をラインアップしており、お客様の用途、測定環境に合わせて最適なものが選択できる。

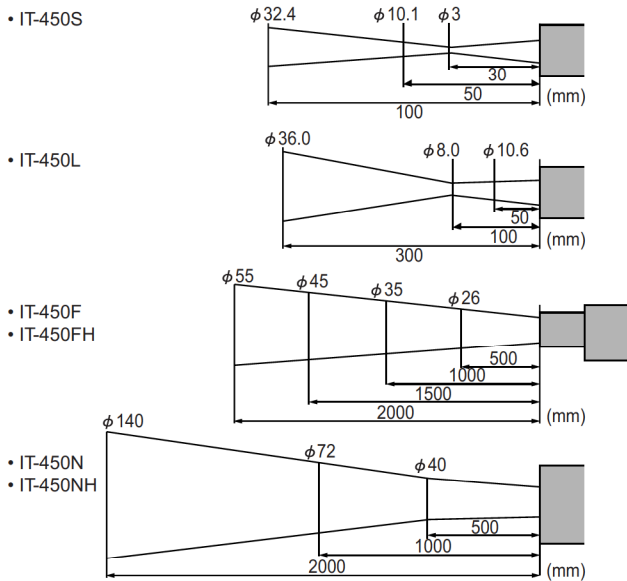


図2 T-450シリーズの視野特性
Target size

(2) サーモパイルセンサ

IT-450シリーズの赤外線センサにはサーモパイルを適用している。サーモパイルは、微細加工技術を使って多数の熱電対を直列につないだもので、微弱な赤外線を室温下で高感度に検知することができる。半面、周囲の温度変化に敏感で、安定に温度測定をする際には工夫が必要である。

ホリバは、高感度・低ドリフトで基準温度補償センサを一体化したサーモパイルセンサ(図3)を独自に開発し、安定性のよいIT-450シリーズを実現した。

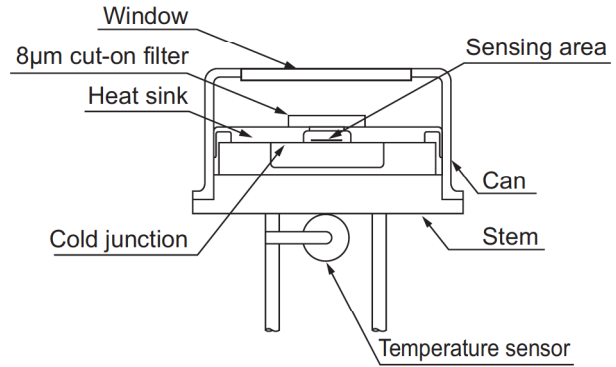


図3 サーモパイルセンサ
Thermopile sensor

(3) 多層膜干渉フィルタ

500°C以下の物体から放射される赤外線は、1µm以上の長波長領域が主体となる。一方、物体の温度を放射温度計で測ろうとすると、大気中の水分や炭酸ガスが赤外線を吸収し、正確な温度計測の妨げとなる。

ホリバは、8~14µmの大気の窓と言われる波長帯域を中心に透過する多層膜干渉フィルタを開発し、これをサーモパイルの窓としている。これにより、水蒸気などの影響を受けず、高精度な測定が可能である。図4にIT-450に適用しているフィルタの分光特性を示す。

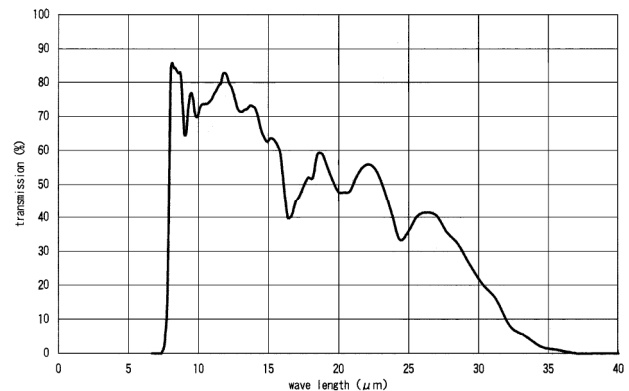


図4 干渉フィルタの分光特性
Spectral characteristic of interference filter

3.2 プログラマ

IT-450シリーズのもう一つの特長は、分野ごとに異なる様々なニーズに容易に対応するために、放射率の設定やスムージング機能をプログラマにまとめてオプション化した点である。これにより、複数の本体を1台のプログラマで設定することができ、生産ラインでの多地点・同時温度モニタリングへの拡張が容易である。

(1) 放射率の設定

物質の表面から放射される赤外線強度は、その表面の状態によって異なる。理想的な黒体が放射する赤外線強度に対し、同じ温度の被測定物質から放射される赤外線強度の

比率を放射率(ϵ)と言う。汎用放射温度計では、測定対象ごと ϵ を設定して、真の温度になるよう補正する。

測定対象物質が決まっている生産ラインで使うIT-450シリーズでは、 ϵ の設定機能はプログラマに持たせ、本体への負荷を軽減した。

なお、IT-450では放射率設定は1.99までできるようになっている。放射率が1以上とは原理的にはありえないが、工場などでこれまで使われていた温度計と置き換える際に、両者の指示値の合わせ込みのために、便宜上、設けた。

(2) スムージング

測定対象物によっては温度が小刻みに変動し出力が読み取りにくいことがある。この変動をならして読み取りやすくする機能がスムージングである。実際には設定した数のデータの平均値を求め、その値に応じた出力を出すようにしている。データは刻々と入ってくるので平均に用いるデータもそれに応じて変わる(移動平均)。移動平均するデータ数は1~25で設定できる。多くするほど変動は小さくなるが、応答速度はそれだけ遅くなる。

図5にスムージング機能を示す。

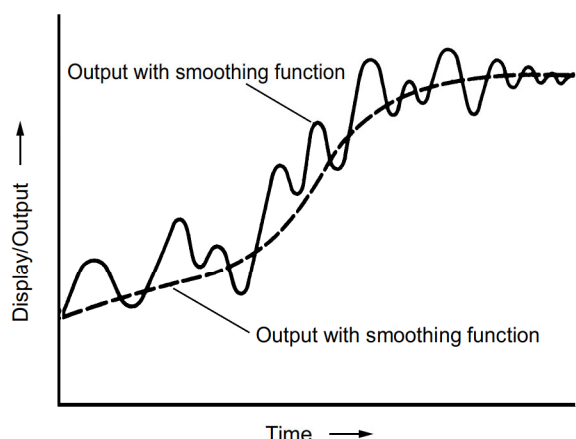


図5 スムージング機能
Smoothing function

(3) 出力スケール設定

測定対象物が決まっている場合、測定温度もある範囲に入っていることが多い。このようなとき出力スケール設定の機能を使えば自分が必要とする測定温度範囲を電流出力4~20mAと設定できる。測定対象物の温度の変化に対する出力の変化を大きくすることができる。

図6に出力スケール設定機能を示す。

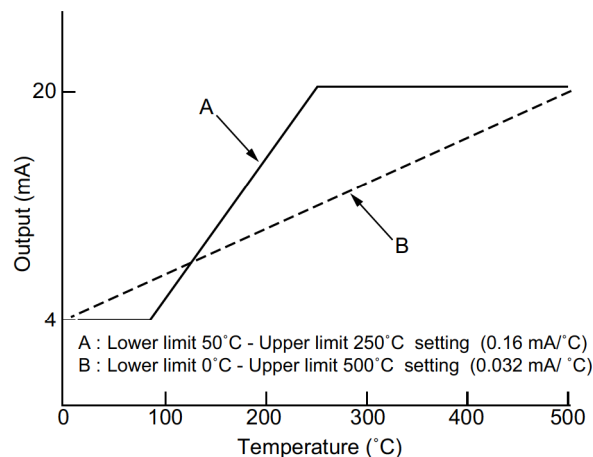


図6 出力スケール設定機能
Examples of output scale setting

3.3 レーザマーカ

赤外線放射温度計を生産ラインに取り付けるとき、被測定物のどこを測定しているかが確認できないために、測定誤差が大きくなってしまったり、極端な場合は全く別のものの温度を測ってしまうミスを犯すことがある。とくに、距離が遠かったりサンプルが小さい場合に問題となる。

IT-450F/FHでは、赤色レーザーを内蔵した照準器(図7)をオプションとして用意している。これを本体に取り付けることによって測定領域を肉眼で確認することで、精度の高い測定が可能である。レーザーマーカは位置確認ができれば本体からはずし、別の本体とも共有することもできる。これにより、小型化と同時に、計測系全体の費用削減にもつながる。

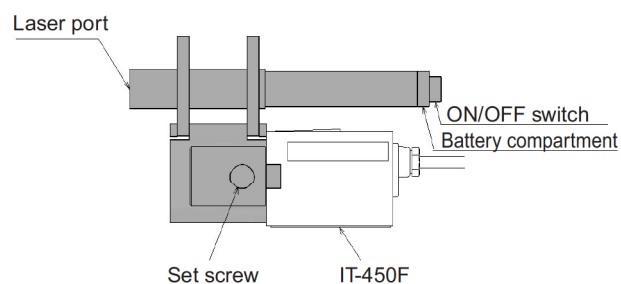


図7 レーザ照準器
Laser sight

4 応用例

放射温度計の最大の特長は、非接触で温度が計測できる点である。従って、自動車、半導体、食品などの生産ラインで、動いている製品の温度を遠隔で監視し、生産プロセスの制御系にリアルタイムにフィードバックすることができる。以下にいくつかの測定例を示す(図8, 図9, 図10)。

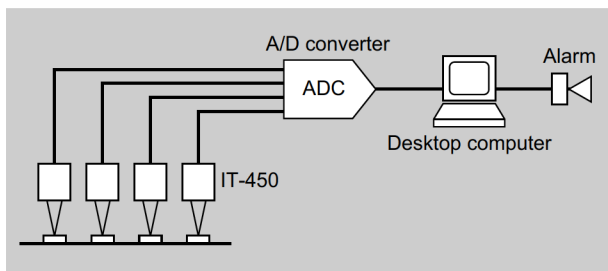


図8 加工食品の焼上工程の温度管理
Temperature control in cooking stage of processed food

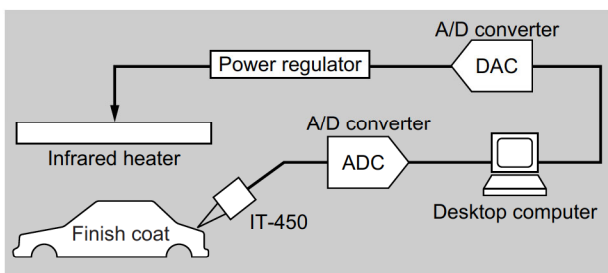


図9 車の焼付塗装工程の温度管理
Temperature control when baking on car finishes

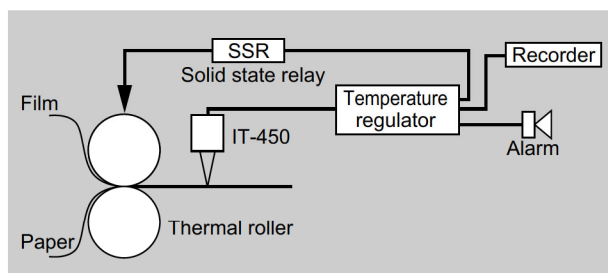


図10 紙のラミネート加工工程の温度管理
Temperature control when laminating paper

5 おわりに

IT-450 シリーズは、小型、安価で、熱電対型の放射温度計に比べ、視野野特性に優れ、広い温度範囲で直線性がよいなど様々な特長がある。また接触式温度計は、極部しか測れず、接触したことにより、対象物の温度を変えてしまうことにもなり、速さが重要なラインには不向きである。一方、IT-450 シリーズは極部を測りたければSタイプを、全体の平均温度を知りたければNタイプを使うということもできる。この特長が発揮できる用途は多岐にわたるものと考えている。

今後とも、ホリバは、新しいセンサを開発し、これを使った温度計を次々と製品化していく所存である。また接触式温度計は、静止しているものしか測れなく、接触したことにより対象物の温度を変えてしまうことにもなる。それには、お客様からの「こんなものを測りたい。こんなところで使いたい。とにかく現場を見に来てくれ。」などの、ご意見・ご要望が基本となる。本稿が、お客様と我々開発担当者との距離を一層近くするきっかけになることを願っている。

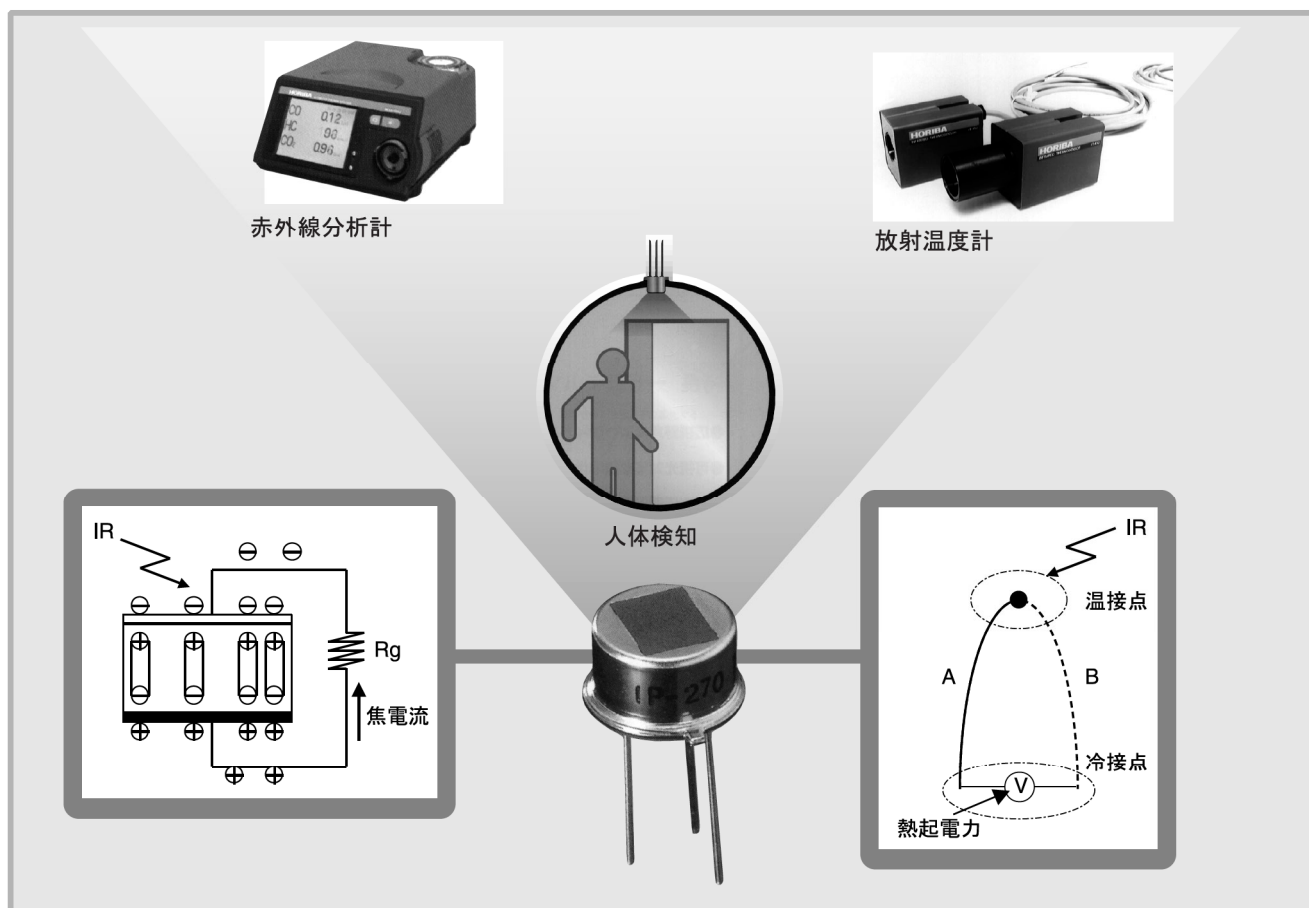


大須賀 直博
Naohiro OHSUGA
新事業統括センター
開発部

薄膜技術を用いた赤外線センサ

New Infrared Sensors Using the Thin Film Technology

富永 浩二, 中田 嘉昭



要旨

近年, Si基板を用いてマイクロマシニング技術を利用した各種のセンサが開発されている。また, 薄膜化技術の進歩にともない, 機能性セラミックスの薄膜を作製することができるようになってきた。現在, ホリバはこれらの技術を駆使して, 新たなセンサを開発中である。本稿では, 「薄膜パイロセンサ」と「Siサーモパイル」について, 動作原理, 製作方法とともに, 高速応答・高感度の優れた特性を紹介する。

Abstract

The application of micromachining technology to silicon has resulted in the development of many types of sensors. Advances in thin film technology have created functional ceramic films. By taking advantage of recent developments in these technologies, Horiba is developing two new infrared sensors: a thin film pyroelectric sensor and a silicon thermopile. This article discusses the high sensitivity and rapid responsiveness of the sensors and explains how they work and how they are produced.

1 はじめに

熱型赤外線センサであるパイロセンサ(焦電センサ)やサーモパイルは、従来から様々な種類のものが存在する。しかし、それらの多くはスポット型であり、多点測定、面測定といった高次元測定や、多機能化への発展には課題が多い。

一般に焦電素子は、粉体原料を焼結したセラミックス(バルクセラミックス)を50~100 μmの厚みに加工し、分極処理を施して得られる。このセラミックスを薄膜技術を用いて製作したセンサを薄膜パイロセンサと呼び、バルクセラミックスからなるセンサをバルク型センサと呼んで区別する。

一方サーモパイル素子は、一般に厚さ20~50 μmの有機フィルム上に2種類の金属膜を蒸着して製作される。これに対し、Siサーモパイルはマイクロマシニング技術を用いて厚さ2~3 μmのマイクロキャビティ上に熱電対を形成して得られる。

これらの薄膜技術を用いた赤外線センサは従来のセンサと比較して高速応答、高S/N比である。さらに、アレイ化、多機能化など次世代のセンサとして潜在的な魅力が大きい。また、大量生産することにより、ローコスト化も可能である。

ホリバはこれらの薄膜技術、マイクロマシニング技術を用いた各種のセンシングデバイスの研究開発に取り組んでいる。本稿ではガス分析計や放射温度計、人体検知センサなどのホリバの赤外線技術において、今後の発展の中心となり得るこれらのセンサについて紹介する。

2 薄膜パイロセンサ

2.1 動作原理

焦電素子には自発分極を持つよう一般に、あらかじめ分極処理を施しておく。自発分極の値は素子の温度の関数になっており、素子の表面電荷は、素子温度に変化がなければ、周囲の浮遊電荷によって中和されている(図1(a))。赤外線が入射して素子の温度が上昇すると、自発分極の値が変化する。この時、素子表面には過渡的に浮遊電荷が残るが、図1(b)に示すように、素子と並列に負荷抵抗を接続しておくで電荷の流れが起こる。この様に赤外線の変化に追従して生じる電流を焦電流、この現象を焦電効果という。

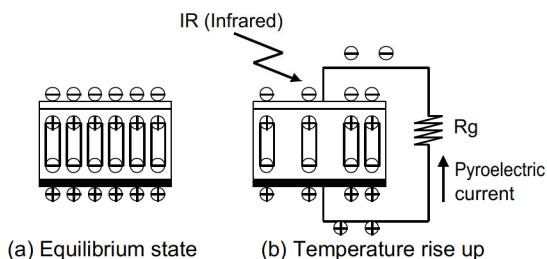


図1 動作原理

(a) 平衡状態 (b) 昇温時

Principle of operation

(a) Equilibrium state (b) Temperature rise up

2.2 製作方法

焦電材料は強誘電体であるチタン酸ジルコン酸鉛系PZT ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$) セラミックスを使った。PZTセラミックスを薄膜化させる方法として有機金属化学気相成長法(Metal-Organic Chemical Vapor Deposition : MOCVD)を用いた。MOCVD法は、有機金属をガス化させて、化学反応(酸化反応・熱分解反応)によってセラミックス薄膜を基板上に堆積する方法であり、基板材料としてMgO単結晶を選択すると、エピタキシャル(結晶配向)成長が可能となる。ホリバは、独自にPZT薄膜の成膜方法を出願した。

(特許登録 第1896389号)

薄膜焦電素子は次のような工程(図2)で製作する。

- ① MgO単結晶基板上にスパッタリング法により下部電極膜を形成する。
- ② 下部電極膜上にMOCVD法によりPZT薄膜をc-軸方向にエピタキシャル成長させる。
- ③ PZT薄膜上にスパッタリング法により上部電極膜を形成後、上部電極膜、PZT薄膜、下部電極の順で形成する。
- ④ これらの上に絶縁膜を形成する。このとき、電極取り出し用のコンタクトホールとMgO基板のエッチング用ホールを形成しておく。
- ⑤ 引き出し電極を形成する。
- ⑥ 赤外線を受光したい領域に赤外線吸収膜を形成する。
- ⑦ 最後に、感応部直下のMgO基板をエッチングで除去して、マイクロキャビティ構造を形成する。

なお、PZT薄膜をc-軸方向にエピタキシャル成長することにより、高感度化が可能となるほか、分極処理が不要になり、薄膜焦電素子の製作工程が簡素化される。

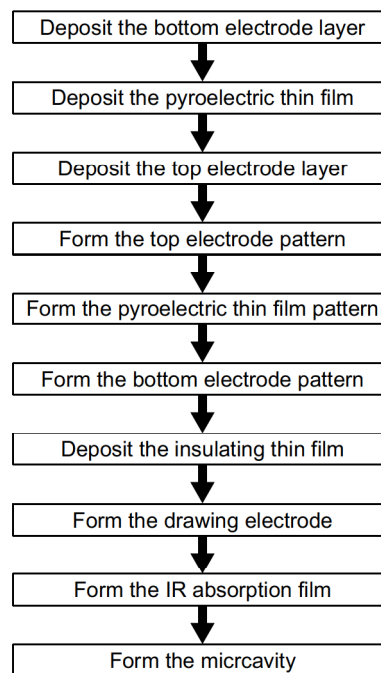


図2 薄膜パイロセンサの製作工程

Fabrication process of pyroelectric IR thin film sensor device

2.3 特性評価

薄膜焦電素子を負荷抵抗とインピーダンス変換用のFETとを接続するとともに金属パッケージに実装し、薄膜パイロセンサの特性を評価した。なお、パッケージの窓材にはKRS-5を用いた一例を示す。

(1) 応答速度

バルク型センサの応答速度は約 300ms であるのに対して、薄膜パイロセンサは約 30ms である。薄膜を用いることによって約 1/10 以下にすることができる。

(2) 感度

薄膜パイロセンサ(受光面積 1.3mm²)とバルク型センサ(受光面積 2mm²)の電圧感度 (R_v) および比検出能 (D*) の周波数依存性を図3及び図4に示す。なお、測定には500Kの黒体炉を用いた。

まず、電気的な面からの使いよさの指標となる電圧感度に関しては、薄膜パイロセンサでは約5Hz以下で一定になるが、バルク型センサでは5Hz以下でも増加していく。この結果から、薄膜パイロセンサは主に高い周波数領域の用途に適しているのに対し、バルク型センサは低い領域で、例えばセキュリティ分野などでの人体検知用に適していることがわかる。

次に種類の異なる検出器の特性を比較する際の指標である比検出能 (D*) は、薄膜パイロセンサはバルク型センサより約5倍程度大きく、よりS/N比が高い結果が得られた。

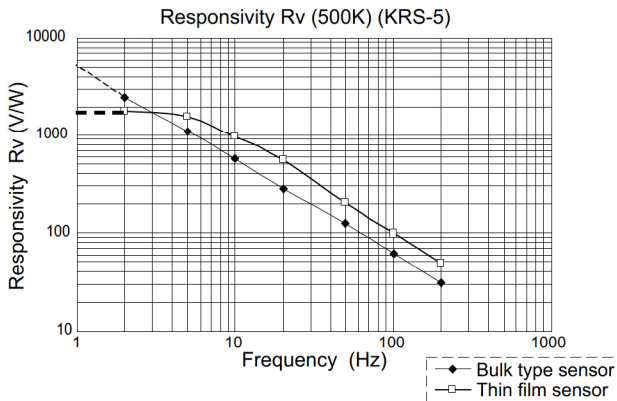


図3 電圧感度(R_v)の周波数特性

Dependent of Responsivity on frequency

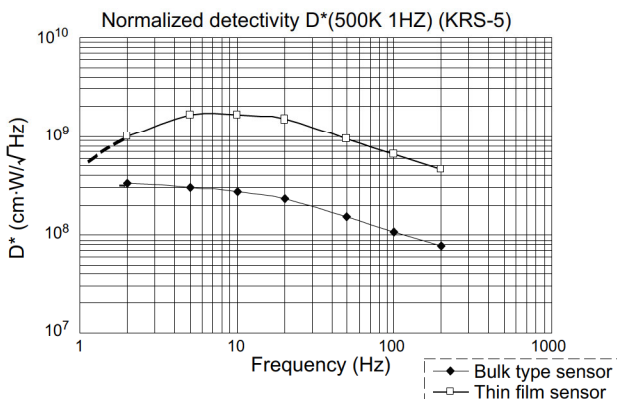


図4 検出能(D*)の周波数特性

Dependent of Normalized detectivity on frequency

3 Si サーモパイル

3.1 動作原理

サーモパイルは入射赤外線を受光した薄膜部の温度上昇を電圧に変換する熱型の赤外線センサである。2種類の金属でループを組み、二つの接点間に温度差があると、それに応じた熱起電力が発生する(ゼーベック効果; 図5)。これを利用して温度を測定するのが一般に知られる熱電対であり、サーモパイルは熱電対を集積化して直列に数十個つなぐことで感度を大きくしている。

ホリバのSiサーモパイルはマイクロマシニング技術を用いて図6に示すようなマイクロキャビティー構造の素子を製作している。なお、アルミニウムとポリシリコンを熱起電力の材料としている。

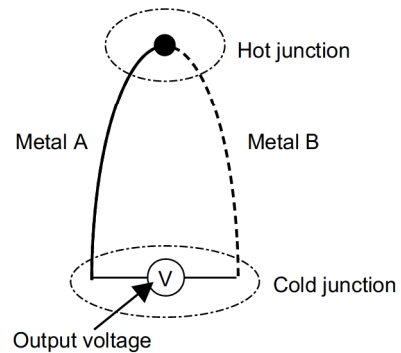


図5 熱電対の動作原理

Principle of Thermocouples

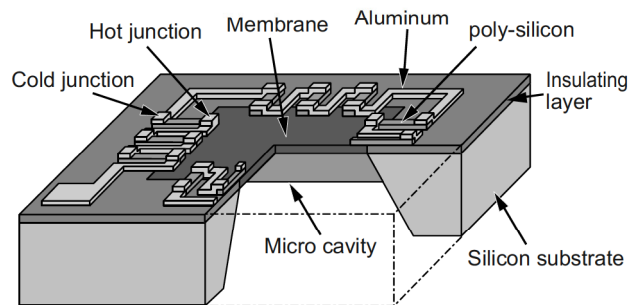


図6 Si サーモパイル

Silicon thermopile

3.2 製作方法

Siサーモパイルの製作は、プレーナープロセス技術とマイクロマシニング技術との融合が、最も大きな特徴である。一般的な半導体プロセスでは、プレーナープロセス、つまり半導体基板表面の数μmだけを使って行われる。しかしサーモパイルなどの熱型センサでは、高感度化のために感応部を薄膜かつ断熱構造にしなければならず、マイクロマシニング技術(ここでは異方性エッチング技術)が不可欠である。

図7にSiサーモパイルの製作プロセスを示す。ここでの課題は異方性エッチング時のデバイスパターンの保護と、薄膜部の膜応力の緩和であるが、我々は前者を基板の表側にエッチング液が接触しない様にするメカニカルシール法で、また後者を多層化による応力緩和で解決した。

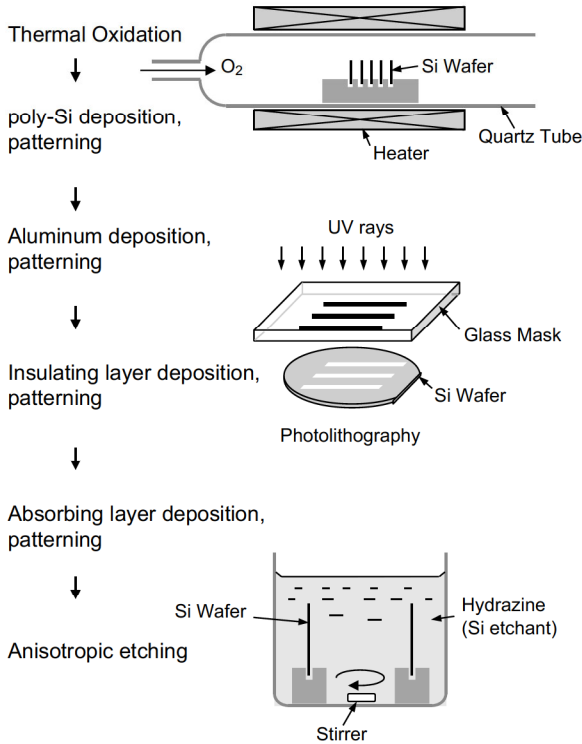


図7 Siサーモパイルの製作工程
Fabrication process of Silicon thermopile

3.3 性能評価

図8は一定の大きさの素子において薄膜部の面積を変えた際の感度と応答速度の関係を示す。薄膜部の面積が大きいほど、熱接点と冷接点間の熱分離が良くなり、感度は大きくなるが応答速度は遅くなるといったトレードオフの関係にある。今回実用化したSiサーモパイルは、従来の有機フィルムを用いたサーモパイルと同程度の感度で応答速度を10分の1 (10msec以下)と、世界最速レベルにすることができた (図9)。

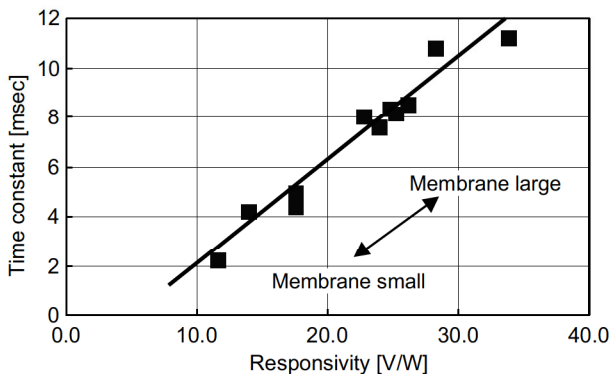


図8 時定数と電圧感度の関係
Time constant vs responsivity

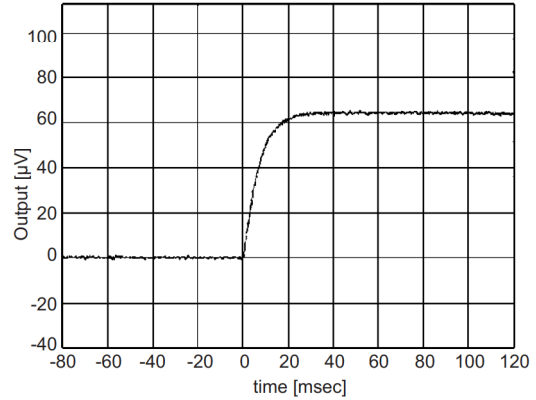


図9 Siサーモパイルの応答
測定条件黒体温度：500K, 開口径：10mm, 距離：100mm
Response of Si-thermopile
Measurement conditions : Temperature of Black Body = 500K,
Aperture of Black Body=10mm, Distance=100mm

4 おわりに

以上、ホリバが開発した「薄膜パイロセンサ」と「Siサーモパイル」に関して成果の一部を紹介した。現在、これらのセンサの特性は既存のセンサと同等、あるいはそれ以上のレベルに到達している。今後は、特性の向上をはかるとともに、多素子化・高機能化へ向けて展開する。Siサーモパイルについてはすでにアレイセンサを構想中であり、赤外画像センサの製作を目標として開発中である。

ホリバは、ガス分析計や放射温度計、さらには人体センサ付き電源リモコン「ついちゃうもん」²⁾など赤外線技術を使った各種の応用製品を持っている。各製品に応じて、最適の仕様となるセンサをハイレスポンスに提供する体制を整えている。

本稿がきっかけとなり、読者諸兄からのご意見やご指導をいただけることを切望している。

参考文献

- 1) 松本浩一, 岡本一隆 「焦電形赤外線センサ」
Readout No.7, P.57-63 (1993)
- 2) 岡本一隆
「人体センサ付電源リモコンついちゃうもん」
Readout No.21, P.68-73 (2000)



富永 浩二
Koji TOMINAGA
新事業統括センター
開発部



中田 嘉昭
Yoshiaki NAKATA
新事業統括センター
開発部

粒度分布測定装置

【登録番号】 特許 第 2863874 号

【発明者】 伊申 達夫 東川 喜昭

【分野・目的】

粒子に光を照射することによって生じる回折現象もしくは散乱現象を利用して試料粒子の粒度分布を測定する粒度分布測定装置に関する。

光学系を切り換えることなく広い範囲の粒度分布を正確かつ簡単に測定できる粒度分布測定装置を提供することを目的とする。

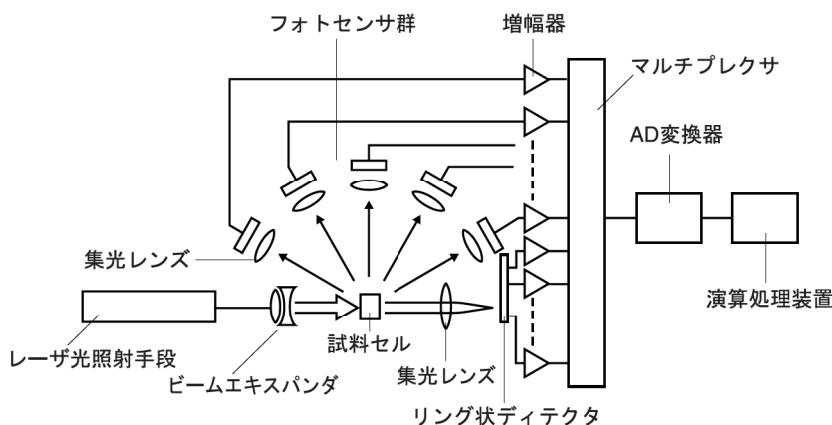
【概要】

光照射手段としてはビームエキスパンダを有するレーザー光を用い、散乱角の小さい散乱光を各散乱角ごとに測定するリング状ディテクタおよびディテクタ上に集光する集光レンズとで構成される大粒子検出用光学系と、散乱角の大きい散乱光を各散乱角ごとにそれぞれ測定する複数のフォトセンサおよびフォトセンサ上に集光する集光レンズとで構成される小粒子検出用光学系とを有することを特徴とする。

【効果】

粒度分布測定の際、複数の粒度範囲にまたがる試料粒子の場合には、焦点距離の異なる複数の集光レンズを択一的に交換し、さらに、必要に応じてその集光レンズとリング状ディテクタとの位置を切り換えなければ測定できなかった。本発明では粒子径の大きい粒度範囲に関する散乱光の光強度はリング状ディテクタで測定され、粒子径の小さい粒度範囲に関する散乱光の光強度分布は各々集光レンズを有するフォトセンサ群で測定されており、またリング状ディテクタおよびフォトセンサ群での測定データは共通のデータ入力手段によって取り込まれ、粒度分布算出のためのデータとされるので、光学系切り替え操作なしで一度に広範囲にまたがる粒度分布を正確に測定できる。

本発明では、複数のフォトセンサそれぞれに対応する集光レンズを配置し、リング状ディテクタ上に集光できない比較的散乱角の大きいものを、その集光レンズによって各散乱角ごとにフォトセンサの各受光面に集中させることができるものである。また、本発明では、試料容器に対して所定波長のレーザー光を照射するレーザー光照射手段において、レーザー光の光束を拡大するビームエキスパンダを設けることによって、照射領域にある程度の幅を持たせ、より多くの試料粒子による回折光又は散乱光を生じさせ、その分の情報を増やし、粒度分布測定精度の向上を図っている。



社外技術発表リスト

▶ 口頭発表

2000年1月～6月

標 題	氏 名	発表機関 (開催場所)	発表日
Combinational synthesis and high throughput evaluation of doped TiO ₂ thin films for the development of photocatalysts	野村 聡 松本祐司* ¹ 村上 真* ¹ 金 政武* ¹ 川崎雅司* ¹ 鯉沼秀臣* ¹ 中山 明* ² 山口哲央* ² 大森 隆* ² 鈴木栄二* ²	SPIE (OE06) (SanJose Convention Center)	1月26日
Action plan of chemical concentration monitor for 300mm line	東野敏也	セミコンKOREA (KOREA EXHIBITION CENTER)	2月17日
Application of pH-imaging microscope to the observation of proton transport in porous media	野村 聡 高松修司 中尾 基 楊 延国* ³ 井上千弘* ³ 千田 信* ³	Pittsburgh Conference (Morial Convention Center)	3月12日
Application of pH-imaging microscope to estimate planet leaf response to acid rain	野村 聡 高松修司 中尾 基 光成京子 河野吉久* ⁴ 松木吏弓* ⁴	Pittsburgh Conference (Morial Convention Center)	3月12日
Surface analysis using pH-imaging microscope based on photocurrent characteristics of semiconductor silicon	野村 聡 高松修司 中尾 基	Pittsburgh Conference (Morial Convention Center)	3月14日
A New Multi-parameter Water Quality Monitoring System	森 健	PITTCON 2000 (Morial Convention Center)	3月15日
New Evaluation Method for Coated and Embedded of Toner Particles	坂本淑仁 石田耕三 松田耕一郎 鈴木俊之* ⁵	PITTCON 2000 (Morial Convention Center)	3月15日
Optimization of the number of Detector for Low Angle Laser Light Scattering (LALLS) Particle size Distribution Analyzer	伊串達夫	PITTCON 2000 (Morial Convention Center)	3月16日
強力 X 線源の開発	万木利和 大堀謙一 嶋田智和* ⁶ 木村吉秀* ⁶ 志水隆一* ⁶ 藤井賢太郎* ⁶ 永富隆清* ⁶	第47回応用物理学会関係講演会 2000年 春季 (青山学院大学)	3月30日
Gaseous Species Measurement for Fuel Cell Reformer	足立正之	International Colloquium of Environmental Preferred Advanced Energy (Newport Beach Marriott)	4月4日
排ガス分析計の測定原理と測定法	木原信隆	生物系特定産業技術研究推進機構 (農業機械化研究所)	4月24日
マイクロエマルジョン—原薬・造粒粉まで 最新粒径分布測定技術とバリデーション	大石 誠	第3回国際医療品製造技術総合展 (東京ビッグサイト)	4月25日
高分解能エネルギー分散型 X 線スペクトロメータの動向	大堀謙一 万木利和	日本電子顕微鏡学会 第56回学術講演会 (北とびあ)	5月17日
集束超音波を利用する流量測定に関する基礎的検討	長岡洋樹 大谷隆彦* ⁷ 河野明夫* ⁸	電子通信情報学会 超音波研究会 (芝浦工業大学芝浦校舎)	5月22日
新素材分析技術の最新の動向 —元素分析から粒度分布まで—	池田昌彦	滋賀工業会 (龍谷大学)	5月26日
半導体 X 線検出器の加工特性に対する パラメーター設計の適用	馬場康雄	品質工学会 (日本規格協会講堂)	6月9日
最近の堀場分析装置とその応用例	池田昌彦 内原 博 平野彰弘 佐久間恵子 坂東 篤	松下テクノリサーチセミナー (松下テクノリサーチ)	6月9日
水質総量規制と全窒素・全りん分析技術	山内 進* ⁹	2000年 JEMIMA 計測プラザ (アジア太平洋トレードセンター)	6月14日
赤外分光計測によるプロセス分野への適応事例と 今後の動向	佐竹 司	2000年 JEMIMA 計測プラザ (アジア太平洋トレードセンター)	6月15日
ポータブル型 VOC 分析計とアプリケーション	北野康史	2000年 JEMIMA 計測プラザ (アジア太平洋トレードセンター)	6月15日
SAW/GC (表面弾性波検出 / ガスクロマトグラフィー) によるダイオキシン類の簡易測定	有田佳彦 広田 健* ¹⁰ 仁科幸法* ¹⁰ 山本 学* ¹⁰ 脇本忠明* ¹¹	日本分析化学会 環境化学討論会 (北海道大学)	6月21日
最近のエンジン排ガス計測について	中村成男	同志社ハリスフォーラム 2000 (京都市ササケパーク)	6月30日

注 *¹ 東京工業大学 *² 地球環境産業技術研究機構(RITE) *³ 東北大学大学院 *⁴ 電力中央研究所 *⁵ 横河電機(株) *⁶ 大阪大学
*⁷ 同志社大学 *⁸ 関西ガスメータ(株) *⁹ (株)コス *¹⁰ パブコック日立(株) *¹¹ 愛媛大学

前号 No.20 社外発表リスト (口頭発表) に一部誤りがありましたので、お詫びして追記致します。

Applications of Scanning Instruments by means of micro-XRF, XRD and XRT	細川好則 三好良夫*	48th Denver X-Ray Conference (Shetaton Steamboat Resort Steamboat Springs, Colorado)	1999年 8月2～6日
Topographic Observation of Polycrystalline Aluminum by means of Micro-XRD	細川好則 大澤澄人 三好良夫* 田邊裕貴*	48th Denver X-Ray Conference (Shetaton Steamboat Resort Steamboat Springs, Colorado)	1999年 8月2～6日

注 * 滋賀県立大学

▶ 文書発表

2000年1月～6月

標 題	氏 名	発表機関 (開催場所)
21世紀の分析機器動向	松田耕一郎	「マテリアルインテグレーション」 第13巻第1号P.58
Continuous Measurement of Soot and Soluble Organic Fraction Emission from Advanced Powertrain	福島宏和 浅野一朗 中村成男 石田耕三 David Gregory*1	「FISTA World Automotive Congress」 F2000 H211 (2000年6月)
Continuum X-Ray Generation from W Film on Cu Substrate	大堀謙一 万木利和 丁 澤軍*2 永富隆清*3 木村吉秀*3 志水隆一*3 藤井賢太郎*3	「Japanese Journal of Applied Physics」 Vol.39 (2000), P.1418-1425
FTIR ガス分析計 –プロセス計測・環境計測への適用例–	北野康史	「オートメーション」 Vol.45, No.3, P.67-72
FTIR法を用いたPFCガス分析技術	北野康史	「クリーンテクノロジー」 平成12年2月号 P.50-52
Monte Carlo Simulation of Generation of continuous and Characteristic X-Ray by Electron Impact	大堀謙一 万木利和 藤井賢太郎*3 永富隆清*3 木村吉秀*3 志水隆一*3 高井義造*3	「Japanese Journal of Applied Physics」 Vol.39 (2000), P.2863-2864
Permeability of the Root Canal Wall and Occlusion of Dentinal Tubules by Ag(NH ₃) ₂ F: A Comparison of Combined Use with Pulsed Nd:YAG Laser or Iontophoresis	村瀬 潤 松本光吉*4 横山恵以子*4	「Journal of Clinical Laser Medicine & Surgery」 Vol.18, No.1 2000 May P.9-14
Real-time On-board Measurement of Mass Emission of Nox, Fuel Consumption, Road Load, and Engine Output for Diesel Vehicles	木原信隆 塚本時弘 松本興一 石田耕三 近 正雄*5 村瀬隆生*5	「SAE paper」 2000-01-1141 (2000年3月)
Signal Processing and Practical Performance of a Real-time PM Analyzer Using Fast FIDS	福島宏和 浅野一朗 中村成男 石田耕三 David Gregory*1	「SAE paper」 2000-01-1135 (2000年3月)
エンジン排ガス計測法の基礎と動向	足立正之	機械学会 講習会テキスト No.99-94 「エンジンにおける実験計測の基礎と応用」 P.47-55
おいしいみかんをはかる	山田壽紀	「日本機会学会誌」 3月号 Vol.103 No.976 P.30-32
コンクリートにおけるアンモニアの発生機構に関する研究	横山政昭 小林一輔*6 安 伸二*7	「日本建築学会構造系論文集」 第532号 P.27-33 2000年6月
デジタル式運行記録計導入における運行管理上のメリット	中西保之	「運行管理者基礎講習用テキスト」 2000年号 P.134-147
トランジェント対応マイクロトンネルの流量制御性能とPM計測	山岸 豊 大槻 聡	「自動車技術会 学術講演会前刷集」 20005187(2000年5月)
ナノからミリまで！-粒子径分布測定装置の最新技術動向	山口哲司	「粉体と工業」 Vol.32, No.2, P.58-62
ナノからミリまで！-粒子径分布測定装置の最新技術動向	山口哲司	「光アライアンス」 Vol.11, No.8, P.29-35
固体中のガス成分分析装置とその分析例	坂東 篤	「評価・分析・解析部会ニュースレターズ」 No.6 (March 15, 2000), P.5
車載型分析システムによるNox排出量のリアルタイム計測	木原信隆 塚本時弘	「自動車技術会 学術講演会前刷集」 20005187(2000年5月)
水素炎イオン化検出器(FID)を用いた粒子状物質(PM)の連続測定	福島宏和	「機械学会 エンジンシステム部門ニュースレター」 No.25 May 2000
石炭焚電プラント用高速Nox測定装置の開発	秋山重之 四郎丸 功*8	「化学工学論文集」 Vol.26, No.3, P.313-320
装置：発展史と展望 X線微小分析装置	大浦俊彦	「電子顕微鏡」 Vol.35, No.1, P.34-35
2. エネルギー分散型X線分析装置(EDX)		
半導体シリコンセンサーを用いるpHイメージング顕微鏡	野村 聡 池田健一 光成京子	「分析化学」 Vol.49, No.5, P.325-327(2000)
によるヒトの歯の表面観察	北迫勇一*9 二階堂 徹*9 田上順次*9	
掘場X線元素分析装置とその応用例	森田洋二	「評価・分析・解析部会ニュースレターズ」 No.6 (March 15, 2000), P.5
掘場製作所酸素/窒素分析装置	内原 博	「評価・分析・解析部会ニュースレターズ」 No.6 (March 15, 2000), P.5
有害大気汚染物質の多成分同時分析	北野康史	「資源環境対策」 Vol.36, No.2, P.81-85
- FTIR ガス分析装置の概要と用途例 -		

注 *1 Ford Motor Co., Ltd *2 中国科学技術大学 *3 大阪大学 *4 昭和大学 *5 日本ガイシ(株) *6 千葉大学
*7 大成建設(株) *8 中国電力(株) *9 東京医科歯科大学

Readout HORIBA Technical Reports September 2000 No.21

<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

e-mail:readout@horiba.co.jp

発行日 2000年9月20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

<http://gaiapress.horiba.co.jp/readout/index.htm>

HORIBA