

Readout

HORIBA Technical Reports

December 2016 No. **47**

特集 半導体プロセスアプリケーション

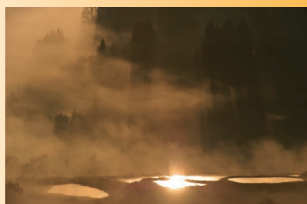


HORIBA

<http://www.horiba.com/jp/publications/readout/>



最先端の半導体製造プロセスの要求に応えるために、より高い感度と信頼性がセンシング技術に求められています。今号では半導体プロセスにフォーカスし、HORIBAエステックをはじめとするHORIBAグループの最新開発状況とアプリケーションを報告します。



■表紙写真

撮影：松井秀雄氏

(二科会写真部 会友)

早朝、霧が流れる棚田を訪れました。最初は余りに霧が多くて何も見えなかったのですが、しばらくすると徐々に霧が薄れて棚田と木立がうっすらと見えてきました。その時、まるで天の啓示のように一つの棚田から光の逆噴射が始まりました。写真の神様からご褒美を貰った気分になりました。

■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 半導体プロセスアプリケーション

巻頭言

- 4 HORIBA DNA と流体計測制御技術
小石 秀之

総説

- 6 HORIBA と半導体プロセス
臼井 誠次
- 8 堀場エステックと半導体プロセス
河野 武志

特別寄稿

- 10 半導体製造技術の最新動向と計測制御技術
榎並 弘充

特集論文 半導体材料と供給システム

- 16 流量標準技術確立の取組み
磯部 泰弘
- 20 圧力式マスフローコントロールモジュール CRITERION D507 シリーズ
長井 健太郎
- 23 超微細半導体製造プロセスに向けた熱式マスフローコントローラの開発
瀧尻 興太郎, 岡野 浩之, 家城 篤史
- 28 次世代リソグラフィ技術に応用するブロックコポリマーの重合技術
川口 幸男

特集論文 半導体プロセスモニタ

- 32 非分散赤外吸収分光による Cp_2Mg ガス濃度のリアルタイム測定
林 大介
- 36 ミニマルファブ対応膜厚検査装置
西里 洋, 飯田 裕, 松田 賢昭, 原 史朗
- 42 塩素系ドライエッチングプロセスへの残留ガス分析計 (RGA) 適用の効果
松濱 誠
- 47 吸収分光法を用いた工業プロセス用多成分薬液濃度モニタとその応用事例
中井 陽子
- 52 カーボン電極を用いた電気伝導率計と濃度計への応用
実用的な濃度計とするための技法
鈴木 理一郎
- 57 半導体薬液用溶存酸素計 (HD-960L)
低濃度・高温・低流量・耐薬品性を実現した、半導体薬液用の溶存酸素計の特性について
井上 健太郎

新製品紹介 半導体関連

- 62 静電容量型真空計の開発
岸田 創太郎
- 66 超薄型マスフローコントローラの開発
長澤 政幸

一般論文

- 70 標準物質校正システムを用いた国際単位系にトレーサブルな有機混合標準物質の迅速な供給方法の確立と応用
佐々木 智啓, 渡邊 卓朗, 井原 俊英, 芳村 智孝, 鳴上 翔士
- 74 「ほんまもん」の経験価値を提供するプロダクトデザインを目指して
米澤 俵介
- 80 HORIBA World-Wide Network

In cutting edge semiconductor manufacturing process, higher reliability, validity, and sensitivity of sensing devices have become increasingly important. Focusing this field, the latest developments and applications of HORIBA group, including HORIBA STEC, will be reported.



This morning, I visited a fog covered rice terrace. The fog was very thick when I got there, and I couldn't see a thing. While I was standing there, the fog gradually cleared, and the rice terraces and trees appeared. Suddenly, as if a revelation from the heavens, the sun light started piercing the terraces. This beautiful scene was a precious gift given to me by the god of photography.

-Photographer Hideo MATSUI-
(Member of NIKA Association of Photographers)

Name of the book

This book is named "Readout" in the hope that "the products and technology we have created and developed will be read out and so become widely known".

Application for Semiconductor Manufacturing Process

Foreword

- 4** HORIBA DNA and Fluid Control Technology
Hideyuki KOISHI

Review

- 6** HORIBA Products for Semiconductor Manufacturing Process
Seiji USUI
- 8** HORIBA STEC Products for Semiconductor Manufacturing Process
Takeshi KAWANO

Guest Forum

- 10** Current Device Processes and Required Sensing & Control Technologies in Semiconductor Chip Manufacturing
Hiromichi ENAMI

Feature Article Semiconductor Materials and Distribution Systems

- 16** Establishment of New Flow Standard Technology
Yasuhiro ISOBE
- 20** Pressure-Based Mass Flow Control Module CRITERION D507 Series
Kentaro NAGAI
- 23** Development of Thermal Mass Flow Controller for Further Miniaturized Semiconductor Devices
Kotaro TAKIJIRI, Hiroyuki OKANO, Atsushi IEKI
- 28** Polymerization Technology of Block Copolymers for Next Generation Lithographic Application
Yukio KAWAGUCHI

Feature Article Semiconductor Process Monitors

- 32** Real-time Measurement of Cp_2Mg Vapor Concentration using Non-Dispersive Infrared Spectroscopy
Daisuke HAYASHI
- 36** Interference Thickness Meter for Minimal Fab
Hiroshi NISHIZATO, Hiroshi IIDA, Takaaki MATSUDA, Shiro HARA
- 42** A Residual Gas Analyzer for Dry Etching Process
Makoto MATSUHAMA
- 47** Industrial In-line and Multi Component Monitor Using Absorption Spectroscopy and Its Application
Yoko NAKAI
- 52** Conductivity Meter with Carbon Electrodes and Application for Densitometers Technologies for a Practical Densitometer
Riichiro SUZUKI
- 57** Dissolved Oxygen Monitor (HD-960L) for Semiconductor Wet Process Performance of the Dissolved Oxygen Monitor Used in the Semiconductor Wet Process; Low Concentration Monitoring, High Temperature, Small Amount of Sampling Volume, Chemical Resistance
Kentaro INOUE

Product Introduction Semiconductor

- 62** Development of Capacitance Diaphragm Gauge
Sotaro KISHIDA
- 66** Development of Ultra Thin Mass Flow Controller
Masayuki NAGASAWA

Selected Article

- 70** Establishment and Application of Rapid Supply Method for SI-traceable Organic Standard Materials Using Standard Materials Calibration System
Tomohiro SASAKI, Takuro WATANABE, Toshihide IHARA, Tomotaka YOSHIMURA, Shoji NARUKAMI
- 74** Our Product Design Approach to Generate Premium Value for User and Employee Experience
Hyosuke YONEZAWA

- 80** HORIBA World-Wide Network

HORIBA DNAと 流体計測制御技術



小石 秀之

Hideyuki KOISHI

株式会社 堀場エステック

代表取締役社長

株式会社 堀場製作所

シニアコーポレートオフィサー

小石秀之

「はかる」とは、漠然としてあいまいだった物事をはっきりさせることです。HORIBAグループは、はかる技術を通じて環境・健康・社会に貢献しています。なかでも、堀場エステックは、「流体」を正確に「はかり、制御する」技術を進化させることで、産業の発展に貢献しています。

堀場エステックは、半導体デバイスや液晶パネルなどの生産に不可欠な、流体制御機器「マスフローコントローラ」を主力製品としています。高度化する生産プロセスに対応すべく、HORIBAの分析技術を応用したインラインガスモニタなどのユニークなモニタリング機器を製品化し、最先端技術を用いた高性能半導体デバイスの生産を支えています。高性能化、自己診断機能などの多機能化と共に安定した高品質製品の生産力が世界のお客様に認められ、現在マスフローコントローラの市場においてはNo.1シェア*1を獲得しています。

ガスの正確な流量計測制御技術は、堀場製作所が独自開発したガラス毛细管とマイクロマノメータを心臓部とした「標準ガス発生装置」に遡ります。1970年代初頭、国内では公害問題が深刻化し、公害測定器メーカーは積極的な新製品開発を行っていました。当時は、分析機器の目盛校正用の標準ガス、すなわちガス濃度測定の一貫基準が無く、その数値の標準化が急務でした。通産省(現 経産省)が分析計各社に濃度の値決めの方法を諮問した結果、堀場製作所が独自開発していた「毛细管式流量比混合法」が採用され、国家基準となる「公害計測機器検定用標準ガス発生装置」の開発・生産が政府により決定されました。堀場雅夫社長(当時)は、「極めて公共性の高い事業であり、自社だけで行うのは良くない」との判断で同業他社との新会社設立を模索し、1974年1月に堀場エステックの前身となる「株式会社スタンダードテクノロジー」社が設立されました。スタンダードテクノロジー社は、発生する標準ガス濃度を数値で確認し電気信号により制御を行う、汎用性の高い標準ガス発生装置の開

発に着手しました。

当社はその後、HORIBAから受け継いだ、独自性が高くユニークな技術開発を行う社風を背景に、ガス流量の正確な計測制御を行うマスフローコントローラの自社開発に挑戦、1980年に国産初のマスフローコントローラ SEC-Lシリーズを完成させました。当時、国内の家電メーカーはMade in Japanブランドを背景にマイコンを搭載した商品の増産に注力し、必要となる半導体チップの自社開発、自社生産を積極的に展開していました。半導体チップは、電気特性の異なる薄膜をシリコンウェハ上に積層し、パターニングすることで生産されます。この薄膜の材料としてガスが使用され、高性能半導体チップの生産に不可欠な流量制御機器としてマスフローコントローラの需要が高まりました。当社のマスフローコントローラは、充実したサポート体制と製品性能が認められて国内の半導体工場に採用され、半導体産業と歩む道のりの第一歩を踏み出しました。現在の半導体産業では、ナノレベルでの微細化・三次元化技術により、高性能半導体デバイスが生産されています。HORIBAは、半導体プロセスに不可欠な最先端技術を搭載した「計測制御・モニタリング機器」を製品化し、産業の発展に貢献しています。

当社が所在する京都では、その歴史を背景に「ほんまもん」を育む文化があります。HORIBAは、そんな「ほんまもん」のひとつとして、国家標準とトレーサブルな流量計測体系を自社開発し運用するという目標を掲げ、研究専用施設「京都福知山テクノロジーセンター（2013年竣工）」を拠点とするプロジェクトを発足させました。産業技術総合研究所のご指導を仰ぎ、米国の国立標準技術研究所(NIST：National Institute of Standards and Technology)の国際相互承認協定によるNVLAP認定を2017年に取得する計画です。

HORIBAグループには、「常に技術を磨き、世界レベルで競争できる製品を探求する」スピリットが、そのDNAとして息づいています。これまで私達を支えて頂いた世界のお客様に感謝申し上げるとともに、今後もさらに流体計測制御技術を追求してHORIBAならではのソリューションをお客様にご提案し、「ベストパートナー」として半導体産業の発展に貢献していきたいと願っています。

*1：自社調べ(2016年3月現在)

HORIBAと半導体プロセス

HORIBA Products for Semiconductor Manufacturing Process

臼井 誠次

Seiji USUI

HORIBAと半導体プロセス

HORIBAは、1953年の堀場製作所創立以来、分析計の専門メーカーとして幾多の製品を世に送り出してきました。この間、培ってきた多種多様の分析計測技術をベースに、お客様のニーズ、アプリケーションにタイムリーに応え、それぞれの分野での最適な製品を提供することを第一義に考えて、製品開発してまいりました。現在では、自動車計測、環境・プロセス、科学、医用、半導体と5つの事業分野において、分析計測技術を中心に事業展開しております(**Figure 1**)。

我々が保有している分析計測技術は、ある分野だけに使われるものばかりでなく、ちょっとアプリケーションを工夫すれば、他の分野でも活躍することができる技術です。現在の主力製品で世界シェア80%^{*1}を獲得しているエンジン排ガス測定装置は、自動車の排ガスによる大気汚染が問題になり始めた昭和30年代後半に、もともと呼気ガス測定用に開発したものを応用展開したのが始まりでした。このように、各分野のニーズに基づき開発した製品・技術を他の分野に応用することも、HORIBAが得意にしてきたところ です。



Figure 1 Five business segments of HORIBA Group

半導体事業分野を中心に展開している堀場エステックは半導体製造装置に搭載されるマスフローコントローラ(**Figure 2**)で世界50%以上*2のシェアを有しています。マスフローコントローラ以外の製品の中には、HORIBAの他の事業分野で培った技術を活かした製品も数多くラインアップしています。一つ例を挙げると、自動車計測分野のエンジン排ガス測定装置や環境・プロセス分野の煙道排ガス分析装置などに使われているNDIR技術(非分散赤外線吸収法)を適用したガスモニタIRシリーズ(**Figure 3**)があります。この製品は、半導体製造時に供給される気体成分の濃度測定を行うもので、成膜時の膜厚制御に使用されたり、排気側の特定ガス濃度を計測して、反応チャンバー内壁をクリーニングする時のエンドポイントモニタとして使用されたりしています。これらは、他の事業分野の製品向けに開発した分析計測技術を半導体分野のアプリケーションに適用した代表的な例と言えます。

IoT(モノのインターネット)化が確実に進行している昨今、半導体関連市場の急激な拡大の可能性が多く議論されています。半導体を使った各種センサが多量に必要なようになってくると、データストレージ用、通信用の半導体は更に需要が増加するとも言われています(**Figure 4**)。また、自動車の自動運転技術実現のためには画像認識やAIの技術が必要とされており、これまでのパソコンやスマートフォンなどの通信機器以外にも半導体需要は年々増加するものと予想されています。

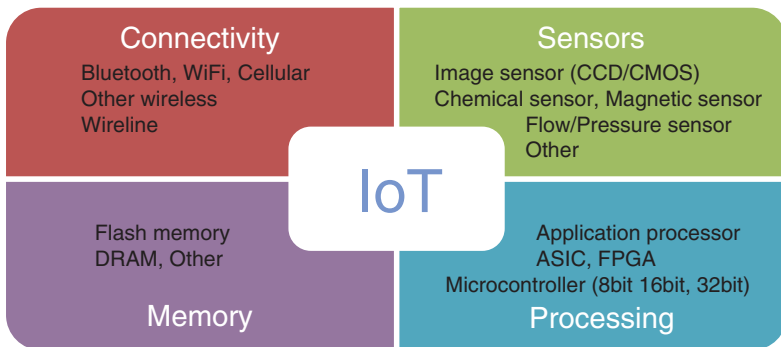


Figure 4 Semiconductor opportunities from IoT

これらの半導体の需要増により、お客様の半導体製造プロセスがさらに微細化、高集積化する中で、今まで以上に難度が高く多様なニーズが寄せられるものと予想しております。これらにタイムリーに応えるべく、HORIBAの持てる多種多様な分析計測技術、流体制御技術などを最大限に活用していきたいと思っております。

HORIBAはこれからもグループが保有する技術で各種アプリケーションに対応し、計測、制御、分析の分野で半導体プロセスに貢献してまいります。

*1：自社調べ(2015年)

*2：自社調べ(2016年3月現在)



臼井 誠次

Seiji USUI

株式会社 堀場エステック 常務取締役
 株式会社 堀場製作所 ジュニアコーポレートオフィサー
 Managing Director, HORIBA STEC, Co., Ltd.
 Junior Corporate Officer, HORIBA, Ltd.



Figure 2 Gas (red) and liquid (blue) mass flow controller/meter



Figure 3 IR series

堀場エステックと半導体プロセス

HORIBA STEC Products for Semiconductor Manufacturing Process

河野 武志

Takeshi KAWANO

堀場エステックが日本初の純国産マスフローコントローラ(以下MFC)を上りしたのは1980年でした。その後、SEC-400シリーズ、SEC-4400シリーズといったMFCがリリースされ、世界各国の半導体製造装置メーカー、半導体デバイスメーカーのお客様にその性能と品質が認知されるようになり、これまでその時代の半導体プロセスに求められるMFCを継続して開発、製品化してきました。今日、堀場エステックの半導体プロセス関連の製品群はMFCだけにとどまらず、プロセスチャンパー周辺で使用される流量、圧力、濃度等の測定、制御に用いられています。これらは、単なる部品、コンポーネントだけではなく、お客様にソリューションを提供すべく、モジュールやサブシステムの形で提供されている製品も増えてきました。

半導体の微細化、集積化に対応するためお客様が製品に期待される性能は年々高くなり、品質、信頼性に関する要求も厳しくなっています。特に製品のバラツキ低減は最も重要な項目で、Wafer to Wafer, Tool to Tool, Fab to Fabといっ

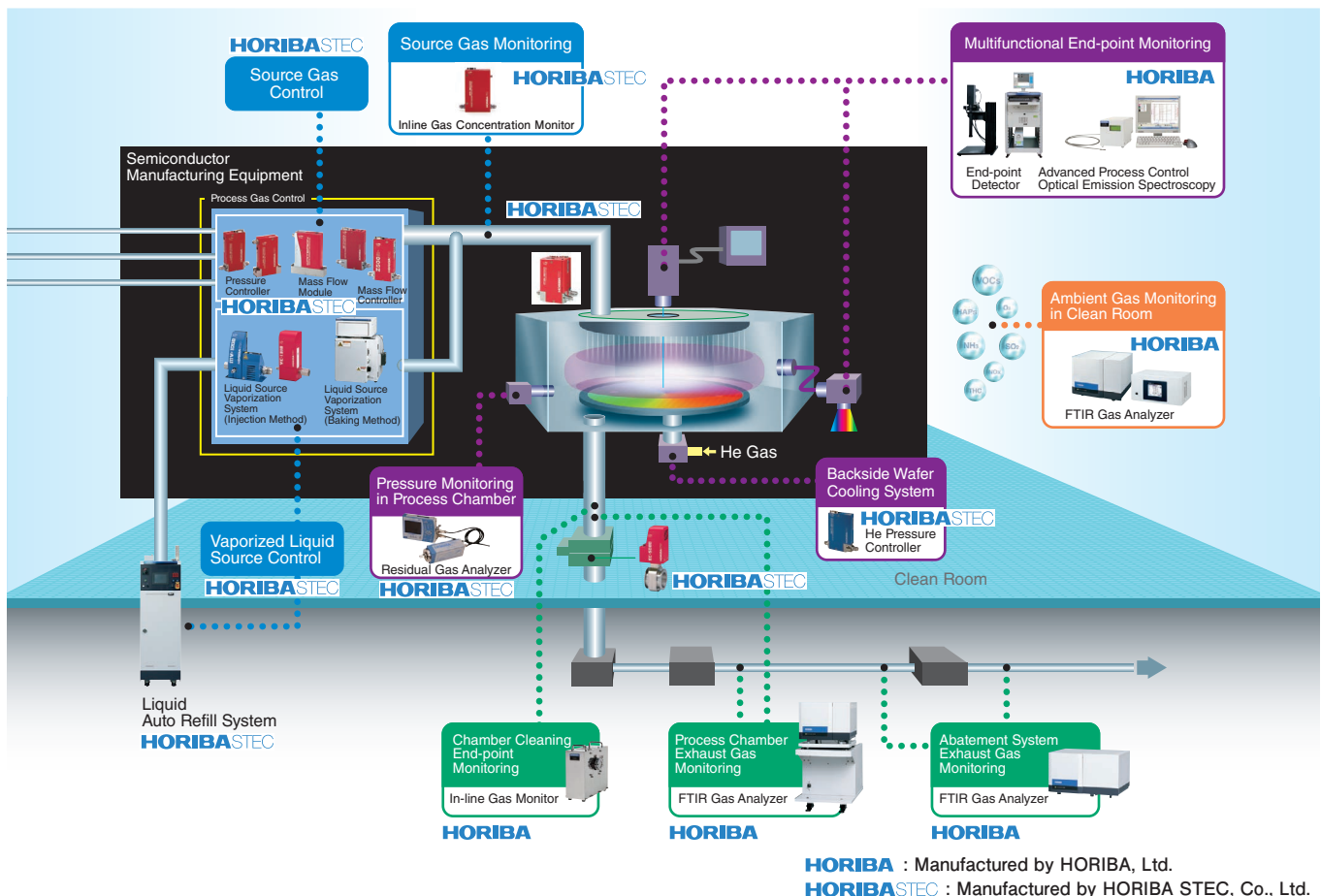


Figure 1 HORIBA Group products for semiconductor

た言葉で表されるように、様々な装置、場所、機会において同じ性能、品質が確保される事が最も重要とされています。また、装置が止まる事はお客様の機会損失につながりお客様の利益に直結します。堀場エステックの製品を選んでいただく上で、いかに信頼性の高いロバストな製品であるかも重要なファクターとなっています。

これらの厳しい市場要求に答えるため、堀場エステックでは「Global R&D」体制をとっています。開発拠点として京都本社、京都福知山テクノロジーセンター、HORIBA Instruments RENO officeの3拠点を有しており、これに加えてHORIBA最先端技術センターとも協業する事で、コア技術を活かした高性能で高品質な製品を継続的に研究開発できる体制を整えています。また、米国、台湾、韓国の各拠点には開発本部から技術者を派遣しており、お客様の声を直接お聞きする事で本当にお客様が望まれている製品に近づけるように努めています。これら「Global R&D」体制に加えて、生産面でも十分な生産キャパシティをもってお客様の要求に対応し、グローバルに展開されている各拠点のお客様にスピーディにサービスを提供する等、製品とそれに付随する総合的なサービスを提供できる事が堀場エステックの強みであると考えています。

半導体プロセスの微細化はシングルナノと呼ばれる領域に入り、ALD (Atomic layer deposition)、ALE (Atomic layer etching)といったプロセスでは原子層レベルの成膜性能やエッチング性能が議論されています。これらの厳しいプロセス要求に答えるべく、堀場エステックではMFCで培った経験をグローバルに活かして、お客様に付加価値を提供できるソリューションプロバイダーとして日々努力してまいります。

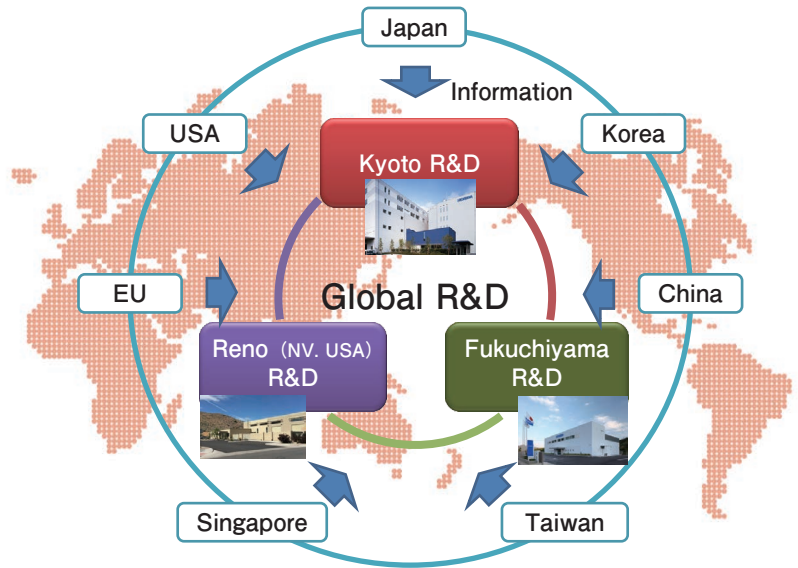


Figure 2 HORIBA STEC Global R&D



河野 武志

Takeshi KAWANO
 株式会社 堀場エステック 開発本部長
 General Manger
 Research & Development Division
 HORIBA STEC, Co., Ltd.

半導体製造技術の最新動向と計測制御技術

Current Device Processes and Required Sensing & Control Technologies in Semiconductor Chip Manufacturing



榎並 弘充

Hiromichi ENAMI

株式会社
日立ハイテクノロジーズ
Hitachi High-Technologies
Corporation

現在および将来の半導体ウエハ製造において、CVD (Chemical Vapor Deposition) やALD (Atomic Layer Deposition) 技術のような成膜技術とその微細加工を行うドライエッチング技術は、キーの技術になっている。これらの技術は、微細化と更なる3次元化の進行により益々多用されるとともに、多様な要求がされるようになってきた。このような背景があるが、これらの技術はまだ充分な完成度にはなく、プロセスのセンシング技術のレベルアップと戦力化、ガス流量制御等の制御装置技術の革新により、その完成度を向上し続けなければならない。この実現には、装置ユーザー、装置サプライヤー、機能部品サプライヤー、システムソフトサプライヤーが一体となった開発活動が求められている。

In current and future semiconductor wafer manufacturing, CVD (Chemical Vapor Deposition)/ ALD (Atomic Layer Deposition) and Dry Etch are becoming key technologies. The number of process steps utilizing these technologies are drastically increasing and are widely implemented due to feature size reduction and 3D structures. In addition, there are multiple requirements that are difficult to realize. Currently, these techniques are still insufficient and far from maturity. Therefore, the specifications for these technologies need to be continuously improved. A technologically innovative process sensing system and a fluctuation-free control gas supply are ways to realize this. In order to achieve this, collaboration and close development between equipment users, equipment suppliers, subsystem OEM (Original Equipment Manufacturer), and system solution providers are strongly required and should be established incrementally.

はじめに

半導体(Semiconductor)が単体デバイスとして研究開発されたのは1940年代で、1960年代に発明された集積回路(Integrated Circuit: ICと略す)によって、その性能が飛躍的に向上し始め、データ記憶(Memory)用と論理計算(Logic, Processor)用に使用され始めた。1970年以降のダイナミックランダムアクセスメモリ(Dynamic Random Access Memory: DRAMと略す)と呼ばれる1個のトランジスタと1個のキャパシタで構成された記憶デバイスの導入をきっかけに、簡単な構造であることを活かしたMOS型メモリICの大容量化・微細化・低価格化が進み、従来から使用されてきたバイポーラ型ICは、主として論理計算用に用いられるようになってきた。1980年代からは、日本の電気メーカーがこのDRAMの開発を牽引し、2年で記憶容量4倍というような大きな成果を上げ、世界の市場を独占した。さらに1980年代半ばからは不揮発メモリとしてFlash Memoryが登場し、記憶用として揮発性のDRAMと不揮発性のFlash Memoryが併存してきている。この分野では、1990年代から韓国、台湾が参入し、2000年以降になると日本の電気メーカーの多くはこの分野から撤退した。

論理計算用では、デバイスの速度で勝るバイポーラ型が長

らく使用されて来たが、消費電力や微細化に問題があるため1990年代よりMOS型の開発が加速された。1990年代後半でその性能はバイポーラ型とほぼ同等になり、消費電力が2桁以上大きなバイポーラ型は、現在では特殊な分野以外では使用されなくなっている。結果として2000年以降は、記憶用と論理計算用で同じMOS型を使用することになり、デバイスの製造プロセス開発技術の共通化とともに、製造ラインの混用・転用も可能になって来ている。

上記のように順調に微細化が進んできたが、2000年代後半から物理限界に伴うデバイスの性能限界・微細化の開発遅延により、2年で70%化(1次元で70%であり、面積で言えば50%に相当する)という開発スピードの維持が厳しくなってきた。デバイス製造各社はブレークスルーを見出すべく研究開発を進めてきているが、投資規模が大きくこの競争に勝ち残れるのは、3~4社に絞られてきているように見える。また、そのキープロセスと期待されている技術は、ALD(Atomic Layer Deposition: 原子層単位の成膜技術)とALE(Atomic Layer Etching: 原子層単位の加工技術)であるが、その原理は1970年代後半から1980年代前半に開発されたもので、当時の主流製品であるDRAMにはスループット等の理由で適用がされなかったものである。なお、1970年代から2016年までの間に、最小加工寸法は、数十ミ

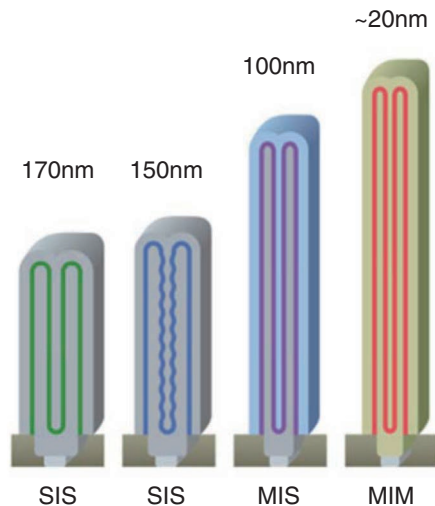


Figure 1 Trend of Storage Node in DRAM

クロンから数十ナノメートル (10-20 nm)まで3桁縮小されてきた。本投稿では、これらの半導体開発の背景を基に、製造装置のサプライヤーあるいは機能部品のサプライヤーとして、今後向かうべき方向を議論し纏める。

デバイス・プロセスの開発状況

DRAMにおける微細化の最も大きな問題は、電荷を蓄積する容量部分 (Storage Node) の容量を如何に確保するかということである。当然微細化により、使用できる容量部の面積も縮小される。このため、最も早くデバイスの3次元化が取り入れられ、積層 (Stack) 型やSi基板に深溝を形成する埋込み (Trench) 型が検討されてきたが、現在ではシリンドー型が主流となっている。容量蓄積に用いる絶縁膜は、比誘電率の高い材料 (High-k材料) を選択する方向で、酸化膜から窒化膜更には Ta_2O_5 膜やZrO/ AlO / $AlZrO$ 積層膜が使用されるようになってきた。更に、Figure 1に示すように容量部の電極材料もSi (Semiconductor) から金属材料 (Metal) に置き換えが進み、MIM (Metal Insulator Metal) 構造が主流になっている。2010年以降、微細化面・材料面で限界を迎えており、新しい記憶デバイスへの置き換えも検討されている。

Flashメモリでは、容量の増加とともに、従来のHDD (ハードディスクドライブ) からの置き換えが現実のものとなってきている (SSD化: Solid State Drive)。大容量化は、微細化で対応してきたが、2000年以降、デバイス回路としての工夫で、一つのメモリデバイスで0/1という記憶ではなく、000~111のように多数の記憶をできるようにしてきている (多値化: Multi Level Cell, 現在は3 bit/cell=8レベル記録が最大)。更に、本格的に容量を増加させるために、Figure 2に示すような3D-NANDと呼ばれる積層構造が検討されている。実際の積層数は、32から64層となっている。

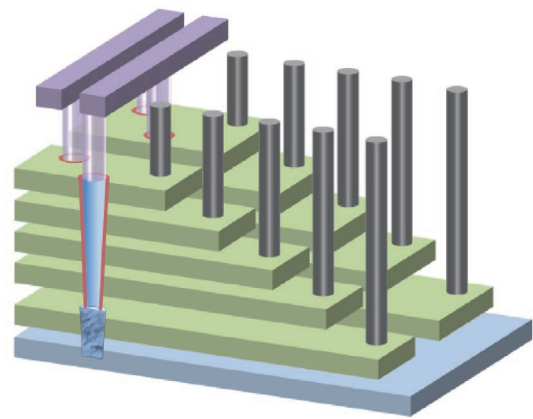


Figure 2 Schematic Diagram of Multi Layer Structure in 3D-NAND

論理用デバイスでは、1990年代はトランジスタの微細化と配線工程での伝達遅延を抑えるためのCu配線化・低誘電率膜の採用を中心に進められてきた。2000年以降になるとトランジスタそのものの性能向上のため、各世代で新たなトランジスタ構造の導入が行われてきた。つまり、2次元構造の微細化のみで性能向上・消費電力低減・集積度向上を図り、トランジスタ形成プロセス工程数の増加を抑えて来たが、90 nmデバイス以降では、ひずみSi (Strained Si) という速度向上技術を取り入れた。更に、45 nm以降ではゲート金属・絶縁膜材料がSi・Si酸化膜から金属材料・金属酸化膜材料 (Metal/High-k Gate) への置き換えが進み、種々の金属材料がデバイス製造工程にまで広く使用されるようになった。ここで、Metal/High-kゲートのドライエッチング加工が難しいことおよび下地のデバイス領域へのダメージ低減の点からリプレースメントゲート (Replacement Gate, 最初にポリSiをパターンニングした後、絶縁膜を形成し、それをCMP (Chemical Mechanical Polishing, 化学機械研磨) で平坦化して、露出したポリSiを低ダメージで除去し、その部分に高カバレッジでMetal/High-k材料を埋め込み、更にそれを平坦化する手法) が使用されるようになった。更に、22 nmデバイスからは、3次元構造を取り入れたFinFET (Field Effect Transistor) が主流になりつつある。7 nm以降に関しては、種々のデバイス構造が検討されている段階であるが、Figure 3に示すナノワイヤ構造が適用される可能性がある。

重要となるデバイス・プロセス技術

上記から、年々デバイス構造が複雑化・微細化・高アスペクト化されていたことが判る。ここでは、これらのデバイス構造を実現する為にキーとなる製造プロセス技術について簡単に纏める。

まず、半導体ウエハ上に必要となる膜種を形成する成膜技術である。従来、LP-CVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition, 低圧CVD) 技術が多くの工程で使われてきた

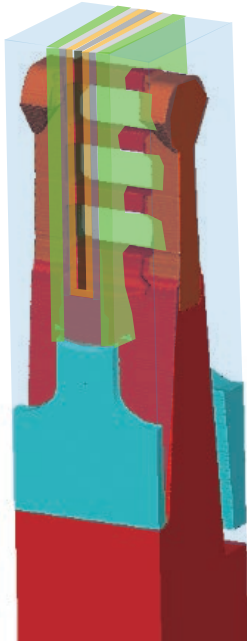


Figure 3 A candidate structure of the next Logic Devices (Nano-Wire)

が、2000年以降になるとLP-CVDにおける長時間高温処理と高アスペクトパターンでの被覆性(Step Coverage)の悪さが課題となってきた。このため、原理的に低温かつ被覆性のよい成膜が可能なALD(Atomic Level Deposition)が徐々に使用されるようになった。ALDの原理をFigure 4に示す。基本的にA SourceとB Sourceの反応で成膜することには変わらないが、時間的に分割してA Sourceのみ導入で1層の堆積膜を形成し、その後B sourceを導入すること

により1層の反応層を形成するもので、LP-CVDのように空間で生成したものを堆積させるものではない。原理的にLP-CVDに比べ成膜速度は遅いが、微細化による必要膜厚の低減により製造技術として使用できるレベルになってきた。ウエハ表面反応であるため、どのような部分にも均一かつ均質に成膜が可能であり、更にPlasmaを利用したPE-ALD(Plasma Enhanced ALD)が実用化されてきていることから、今後徐々にALDの使用工程数が増加していくと考えている。なお、現在量産に適用されているALD技術は、まだ完全な表面飽和反応状態を使用するALDと呼べる状態では使用されていないように見える。

次が平坦化技術である。2章において、配線材料が従来のAl合金膜からCu膜に切り替わったことを述べたが、この変更は、製造技術の分野で平坦化技術を大きく向上させた。配線のCu膜化要求がCMP技術を確立したとも言える。従来の配線形成は、Al合金配線膜をウエハ前面に堆積し、パターニングされたマスク材を使用して、ドライエッチング装置により必要な部分を残してその他の部分を除去することで配線パターンを形成していた。一方、Cu配線ではCu膜のドライエッチングが非常に困難なことから、まず絶縁膜に溝や穴パターンをドライエッチングで形成した後、Cu膜をウエハ全面に堆積する。その後、スラリーと呼ばれる化学反応成分を持った研磨剤を研磨パッドとウエハの間に導入し、堆積した膜を化学機械的に研磨し、不必要な部分を取り除くものでダマシン(Damascene)方式と呼ばれる。CMP平坦化技術は、開発初期に比べて大幅に安定し、装置も数世代に渡って使用可能に見える。

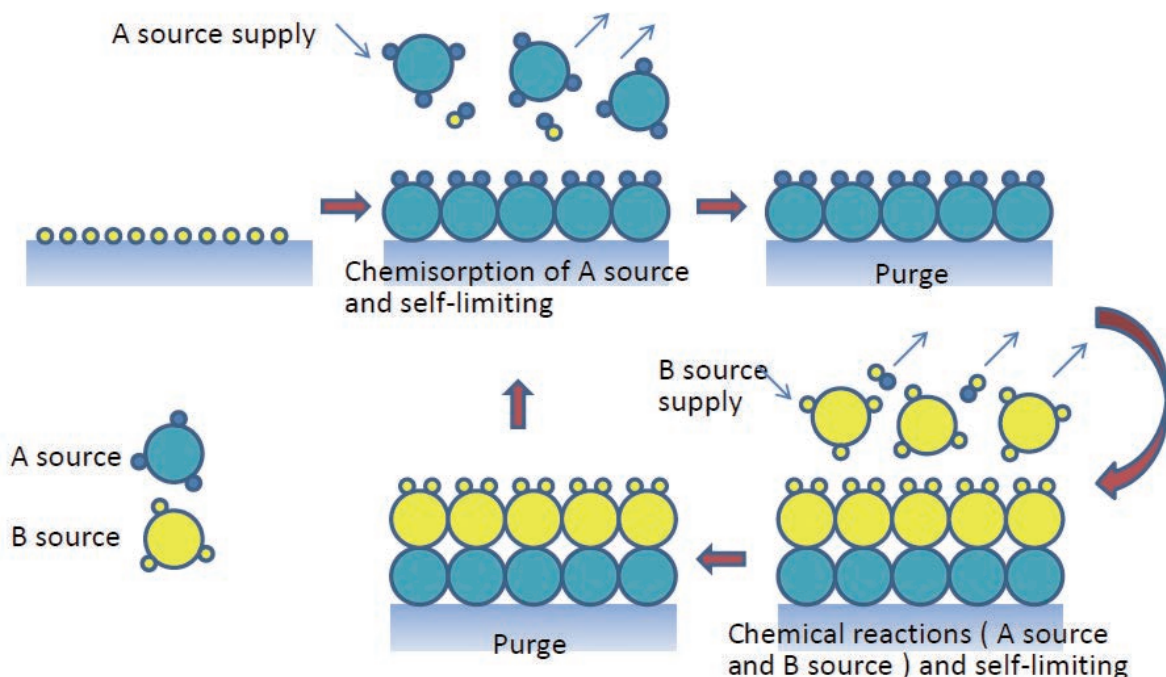


Figure 4 Principle of ALD Technology(Cyclic Process of 4 Steps)

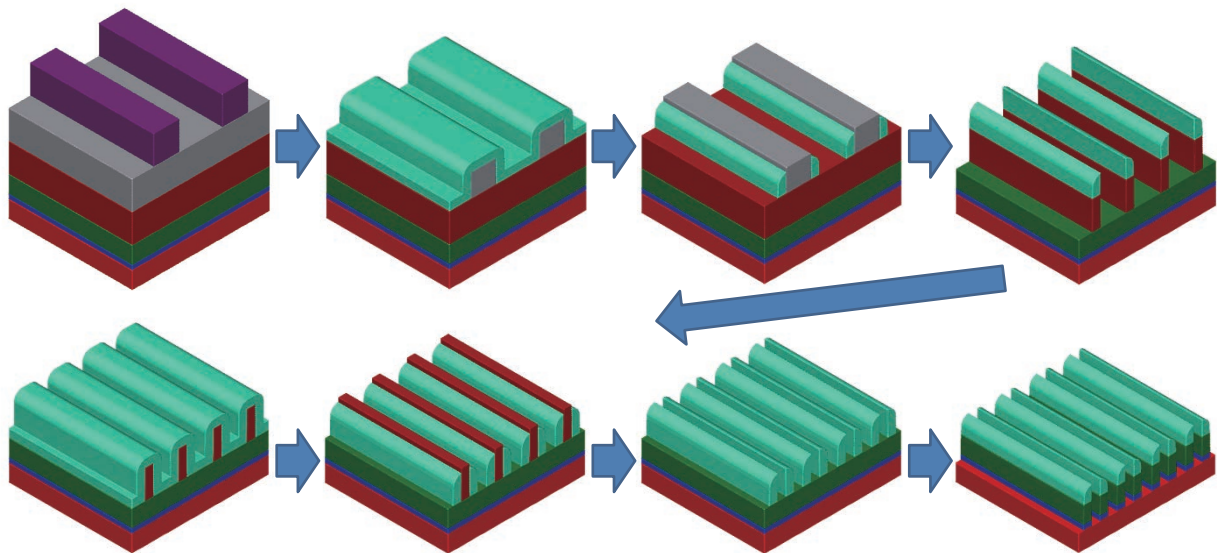


Figure 5 Process Flow Example of SAQP

微細化にとって最も重要なのが、露光技術である。縮小投影露光方式が一般的で、ウエハ上に塗布された感光性材料にレチクルに作成されたパターンを縮小してウエハ上で解像する。このパターンの解像度は、使用する縮小投影露光装置の光源波長に大きく依存し、短波長化および高NA（開口数）化が進められてきた。2000年以降最先端加工用装置ではKrFレーザーからArFレーザーに置き換えられたが、次世代と考えられてきたEUV光源の開発が大幅に遅れが発生し、微細化がストップする危機が訪れた。そこで、レチクル上に縮小投影露光機のレンズとウエハの間に液を封入して屈折率を上げて解像度を向上する液浸（immersion）方式が実用化された。さらに得られている初期パターンにALD技術で必要な膜厚の成膜を行い、その後ドライエッチングによりエッチバックすることにより初期のパターンの側面に所望の寸法のパターン（実際には初期の1/2程度）を得るダブルパターンニング技術（Double Patterning, SADP（Self Aligned Double Patterning）とも言う）により、微細化技術は大きく延命できている。最近では、このSADPを更に繰り返して1/4程度のパターンを得るSAQP（Self Aligned Quadruple Patterning）も実用化されつつある。これらの実現に必要とされる費用はウエハコストとして反映される（1工程の採用で数%増加する）。更に、この方式は繰り返しパターンにしか使用できないこと、およびパターンエッジをドライエッチングによりカットすることが必要であることも認識しなければならない。SAQPのプロセスフローをFigure 5に示す。寸法や合わせ精度は、成膜のALD技術とドライエッチング技術によってほぼ決定される。

最後にこのドライエッチング技術の重要性について述べる。2000年前後では均一性・再現性以外は大きな課題が余り見えない容易な技術と考えられていたが、その後の微細

化・3次元化により、(1)寸法精度の必要でかつ廉価なプロセスを必要とされるSADPのエッチング、(2)ポリSiを低ダメージで高選択に除去するエッチング、(3)高段差垂直下地部分にエッチング残りを出さずに高選択で垂直に加工するエッチング等非常に困難な加工を要求されるようになっており、現在は課題が山積している状態と見える。更に、次世代デバイス用に高選択に等方的なエッチングが必要とされ、ALE技術も盛んに検討され始めている。

纏めると、これらの4プロセス技術の中で、ALD成膜技術とドライエッチング技術が装置的にもプロセス的にも必要とされる完成系から距離があるように見え、今後集中的に改善していくべき技術と言える。

必要とされる計測制御技術

今後のデバイスプロセス技術において、ALDやドライエッチングがキーであることを述べて来た。現状のALDやドライエッチングの装置・プロセスを検討してみると、安定性・再現性にまだ不十分な点があることが判る。例えば、First Wafer Issue（処理開始後の数枚のウエハが特異な結果を示すことを意味し、歩留低下の要因になっている）という不良が色々な場合に発生し、半導体ウエハ量産に影響を与えている。Figure 6には、ドライエッチングを例にとって、プロセスの3要素の関係を示したものである。これらは、通常レシピと呼ばれるEquipment Setting（設定条件）、チャンバ内の温度や堆積物の影響等の外乱要因（Disturbing Factor）、設定条件と外乱要因とで決定され実際にウエハが処理されている処理環境（Treatment Environment）、処理環境でウエハが処理されている結果としてのウエハ状態（Wafer State）で構成される。外乱要因の影響が大きい場合には、設定条件通りにウエハ状態を制御することがで

きない。この外乱要因が比較的大きいのが、ALDを含めたCVDとドライエッチングである。このような系でウエハの状態を一定に保つためには、実際の処理環境およびウエハ状態をセンシングしてフィードバックすることが必要である。この考え方は、20年程前から具体的に動き出したAEC/APC (Advanced Equipment Control/Advanced Process Control)の基本である。

Figure 7は、実際のエッチング装置において、どのようなセンシング可能なものがあるかを示したものである。それぞれ課題があり、現状で実際の製造装置に適用されているのは、プラズマ発光センサーのみであり、使用用途もドライエッチング終点判定に限定されている。

- (1)発光・干渉センサー (Emission Interferometric Sensor)：ウエハ上の膜厚の変化や繰り返しパターンの寸法を計測できるが、ウエハ上に測定位置依存性があるため、移動機能と大きな透過性の窓が必要であるため、適用が限定されている。
- (2)ビデオカメラ (Video Camera)：(1)の用途およびウエハ全体の状況の把握も可能であるが、透過性の窓の設置と莫大なデータ解析の問題で、適用されていない。
- (3)質量分析 (Q-Mass Analyzer)：反応室で発生している原子・分子の把握が、発光・非発光に関わらず可能で

Treatment Environment and Wafer State

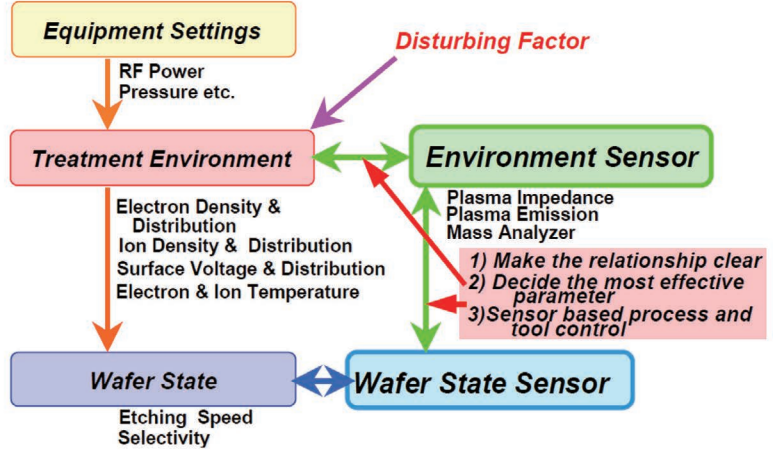


Figure 6 Treatment Environment and Wafer State in Dry Etch Process

あるが、センサーの寿命・スキャンスピードが遅いことから、使用されていない。現在、スキャンスピードが100 msecまで低減できるものが開発中で、今後ALD・ALEでは有効なセンシングとなる可能性が大きい。

- (4)プラズマインピーダンスモニター (Plasma Impedance Monitor : PIMとも略される)：実際の物理データとの関係性を明確にできないため、専ら異常値検出に使用されているが、データ解析と計測モデリングにより経時変動センサーとして使用できる可能性がある。
- (5)発光センサー (Emission Sensor)：現在最も使用されているセンサーであるが、用途が限定されている。特定の発光をセンシングして、プロセスのレシピにフィードバックするR2R (Run-to-Run)制御することも可能で、

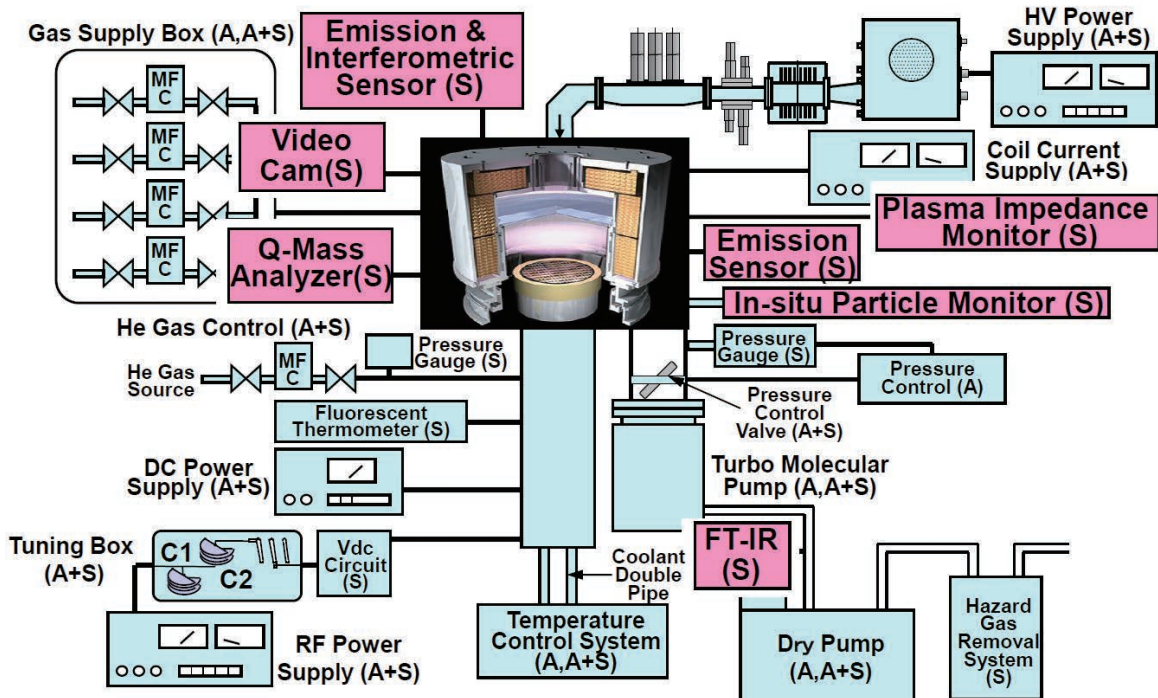


Figure 7 Candidate Sensing Functions in Dry Etch Tool

ウエハ量産にも適用されている。

- (6)パーティクルセンサー (In-Situ Particle Monitor)：検知できるパーティクル径が0.2 μm程度であり、現在のデバイスに適用は難しい。CN (Condense Nucleation) 法との併用で微小なものまで検知できる可能性があり、装置化できれば有効になる。
- (7)FT-IR：排気系に設置し、どのような反応生成物がどの程度発生しているかを判断できる。クリーニングやALEでの終点判定への応用が期待される。

一方、ガス流量制御、高周波電力供給、ウエハ冷却等のアクチュエーターにおいてもセンシング機能を持っており、これらを有効に活用して、実際の供給を安定にする活動も重要である。

流量制御技術の現状と今後

CVD/ALDやドライエッチングにおいては、前述のように反応のため導入するガス種の流量制御が重要なポイントとなっており、サーマル式マスフローコントローラ(MFCと略す)が多用されてきた。このサーマル式MFCは、微細化の進展とともに種々の課題が明確化したため、1990年代に制御性向上やローコスト化を狙ったMFCを含むセンサーアクチュエータ用のデジタル通信のためのスタンダード化(E54)、2000年代初期にはガス供給系の小型化や標準化のベースとなる表面実装方式のスタンダード化(F82~F95)を図ってきた。しかしながら、最近のプロセス、特にALD技術では、蒸気圧の低い液体や固体が使われる場合が増加している。元来このALD技術は、Self-Limitingの反応を使用することで、ソース供給量に依存しにくい反応系であるが、量産性追求のため現実にはソース供給量に依存するプロセスとなっている場合が多い。このような背景から、液体や固体ソースにも充分適用できる高精度な流量制御技術の開発が、装置個体差・経時変化を抑えるために必要不可欠となってきている。

現在、その第一段階として実プロセスガス(Live Gas)流量の校正が検討されている。サーマル式MFCにおける流量校正は、実プロセスで使用されるガスが一般的に高反応性で、熱を加えてその流量を計測すると種々の問題が発生する可能性があるため、実際にはN₂等の不活性ガスを流して行われる場合が主流である。

$$Q_p = N \cdot \frac{C_{pk}}{C_{pp}} \cdot Q_k \dots\dots\dots (1)$$

Q_p：プロセスガス流量、Q_k：校正ガス流量、
 N：補正係数、C_{pp}：プロセスガス定圧モル比熱、
 C_{pk}：校正ガス定圧モル比熱

プロセスガス実流量は、このプロセスガス定圧モル比熱C_{pp}

と補正係数Nによって決定される。現状ではC_{pp}がサプライヤー間で統一されていない他、補正係数もサプライヤーの校正方法の相違により大きく異なっており、実流量からの誤差を生じる原因となっている。今回検討している方式は、Rate Of Rise (ROR) Systemを活用するもので、このSystemはプロセスガスの実流量計測に用いられている場合もある。ROR Systemの測定原理は真空排気した容器にMFCで制御したガスを流し、容器内の圧力上昇率からガスの状態方程式を用いて流量に換算している。

$$Q \propto \left(\frac{\Delta P}{\Delta t} \right) \cdot \frac{V}{T} \cdot \frac{1}{Z} \dots\dots\dots (2)$$

Q：流量、ΔP：上昇圧力、Δt：上昇時間、
 V：容器内容積、T：温度、Z：圧縮係数

今後、第二第三段階の検討が行われ、どのようなガスを流しても、所望のガス流量が得られるようになることを願っている。

結論

CVD/ALDおよびドライエッチング技術は、今後の半導体ウエハ製造のキー技術となっており、益々多用され、多様な性能を要求されてくる。しかしながら、その装置・プロセスはまだ完成度に乏しく、様々な活動が必要不可欠である。プロセスのセンシング技術のレベルアップとともに、ガス流量制御の技術向上が待たれる。この実現には、装置ユーザー、装置サプライヤー、機能部品サプライヤー、システムソフトサプライヤーが一体となった開発活動が求められている。

流量標準技術確立の取組み

Establishment of New Flow Standard Technology

磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

半導体デバイスの微細化、高集積化に伴い、ガス流量・液体材料の供給量に対する高精度化や信頼性向上への要求が高まりつつあり、流量計測・制御機器であるマスフローコントローラの高精度化、信頼性向上が必要である。京都福知山テクノロジーセンターでは流量標準器の自社開発、ISO/IEC 17025認定取得およびプロセスガス流量測定の標準化といった流量標準技術の確立を目指している。本稿では流量計測・制御機器であるマスフローコントローラの高精度化、信頼性の向上に必要な流量標準・標準化技術の確立についての取組みを紹介する。

Higher accuracy and reliability for gas flow and liquid material supply are requested with the miniaturization and high integration of leading edge semiconductor device. To meet the requirement, at Kyoto Fukuchiyama technology center, we aim to establish flow standard technologies that are to develop flow standards and to standardize method of process gas flow measurement and to be accredited to ISO/IEC 17025 as a flow calibration authority. In this issue, we introduce our efforts for standardization of flow standard technology.

はじめに

堀場エステックは半導体製造分野を中心とした流体計測制御機器の製造販売を行っている。半導体デバイスの微細化・高集積化に伴い、ガス・液体材料の計測制御技術の高精度化や信頼性向上への要求が高まりつつある。堀場エステックは、これらの要求に応えるために研究開発に特化した京都福知山テクノロジーセンター (Figure 1) を2013年12月に竣工した。主な研究開発要素は、国家標準とトレーサブルな流量測定システムの開発および社内トレーサビリティ体系の再構築、半導体プロセス材料の流量測定、液体材料の気化装置を用いた気化試験などである。

流体計測制御機器の高精度化や信頼性向上のためには、機器の高性能化とともに、それらに付随する高精度で信頼性が高いデータの整備が重要である。

京都福知山テクノロジーセンターでは半導体材料の流量計測や気化試験ができる最新の設備を有しており、高精度で信頼性の高い試験が可能となっている。また、さらなる信頼性向上のため、ガス流量校正についてISO/IEC 17025認定取得の準備を進めている。



Figure 1 Kyoto Fukuchiyama Technology Center

ISO/IEC 17025認定取得に向けての取組み

ISO/IEC 17025は試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項に関する規格である。ISO/IEC 17025ではISO 9001に代表されるマネジメントシステムの要求に加えて、分析・測定などを行う試験所及び校正業務を行う事業所に対する技術的要求事項が加えられており、分析・測定や校正結果を出せる能力があるかどうかを認定機関が認定するための規格である。この認定を受けた試験所・校正機関は試験成績書や校正証明書に認定マークを付加することがで

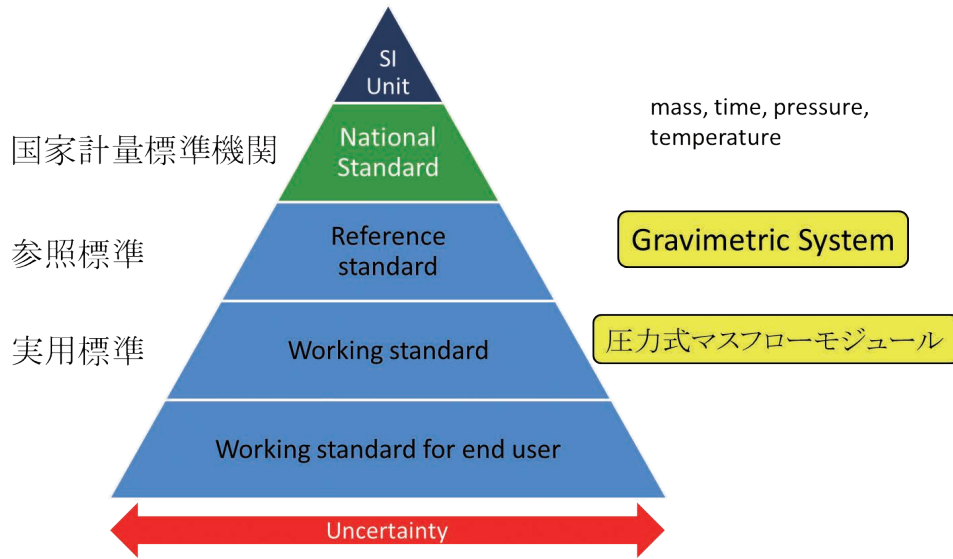


Figure 2 Target flow rate traceability system

き、国際的に通用する試験結果や校正結果の信頼性を高めることができる。

堀場エステックでは、国家計量標準機関であるアメリカ国立標準技術研究所(National Institute of Standards and Technology) (以下 NIST)および産業技術総合研究所計量標準総合センターの標準とトレーサブルな流量標準器の自社開発を行うと共に認定取得に必要なマネジメントシステムの整備を行っている。NISTの認定プログラムNational Voluntary Laboratory Accreditation Program(NVLAP)により、国際相互承認協定による認定を2017年に取得する計画である。

目標とするトレーサビリティ体系の概略をFigure 2に示す。国家計量標準機関にトレーサビリティの取れた秤量式社内流量計(Gravimetric system)を参照標準器とし、圧力式マスフローモジュールD500^[1]の技術を用いた流量計を実用標準器として、今後の新製品に適用できるように社内のトレーサビリティ体系の構築を行っている。認定マークが付加された校正証明書は、参照標準器を用いた校正および実用標準器を用いた校正時に発行可能となるように進めている。

流量標準器の自社開発

前述の参照標準器および実用標準器の自社開発を進めており、堀場エステックの流量トレーサビリティ体系を再構築するとともに信頼性向上を目指している。

参照標準器 (Gravimetric system)

開発中のGravimetric systemの概略構成をFigure 3に示す。

測定容器にガスを封入した後、流量計を介してガスを測定容器から流出させて、その時の時間当たりの測定容器の質量減少を、電子天秤とGPS Timerで計測することにより質量流量を測定する。主な仕様をTable 1に示す。校正流量範囲は1 sccm^{*1}から50 slm^{*1}で拡張不確かさ0.1%以下を目標にしている。

Gravimetric systemにより流量計を校正する場合には、Gravimetric systemで流量計測を行うと同時に被校正流量計の流量出力(Flow Output)と比較する。Gravimetric systemの基本技術はHoriba Instruments incorporated-Reno オフィスで開発され、社内評価試験の結果、目標仕様を満たしていることを確認している。この

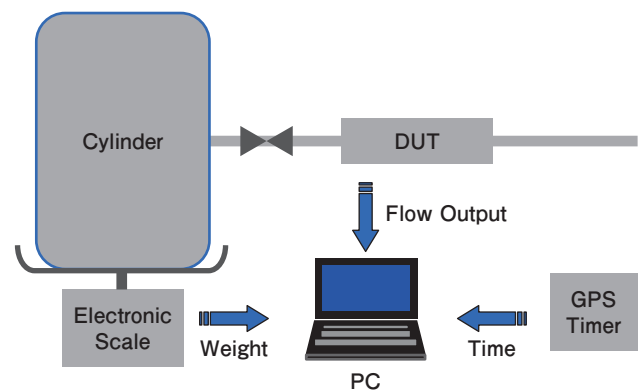


Figure 3 Gravimetric system

Table 1 Target specification for Gravimetric system

Specification	Description
拡張不確かさ	0.1% of set point
流量範囲	0.0012498~62.492 g/min(N ₂ : 1 sccm~50 slm)
対応ガス種	N ₂ , Ar, O ₂ , CF ₄ , SF ₆

技術を京都福知山テクノロジーセンターに導入し、参照標準器として完成させるために各種データを取得している。

校正機関の校正結果の信頼性を証明するためには、後述の実用標準器を仲介としてGravimetric systemでの校正結果とNISTの流量標準による校正結果を比較する技能試験が実施される^[2]。社内での各種データ取得後に技能試験を実施する予定である。

*1 : sccm, slm : Standard Cubic Centimeter per Minute, Standard Liter per Minute, 基準状態(0°C 101.3 kPa)におけるガス流量(mL/min, L/min)を表す単位

実用標準器

圧力式マスフローモジュールD500^[1]の技術を用いた流量計の開発を行っている。D500の構造をFigure 4に示す。Flow restrictor(層流素子抵抗体。以下、リストリクタ)の上流側圧力, 下流側圧力, ガス温度を計測し, 内部演算回路にて質量流量に換算する。

実用標準器はこの技術をベースにリストリクタ・温度センサ格納部と圧力センサ格納部で構成される。高精度なセンサを用いて, 高い再現性を実現することにより実用標準器として利用することを可能にするものである。

この実用標準器は, NISTとの技能試験および社内生産用流量計の校正用として使用される。現在, 技能試験用として使用するための調整, 性能確認を行っている。

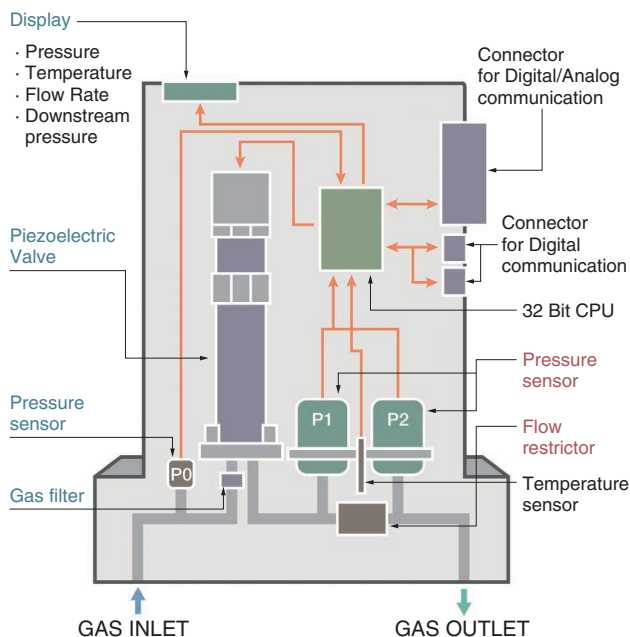


Figure 4 Mass flow module D500 structure

プロセスガス流量標準化への取組み

半導体デバイスの大容量化, 高性能化のために, デバイスの微細化・新材料の導入が進められている。それにつれて高度な半導体プロセス技術が要求されている。材料供給についても流量計測制御機器に対してプロセスガス流量の高精度化, 高速化, 高信頼性が求められている。

N₂やAirといった不活性ガスについては, 流量トレーサビリティ体系は構築されている。一方, 腐食性, 毒性, 反応性といった特性をもつプロセスガス流量に対しては, それらの特性により実用的にはトレーサビリティ体系は整備されていない。

マスフローコントローラメーカーはそれぞれプロセスガス流量標準器を持ち, 製品であるマスフローコントローラのプロセスガス流量に関するデータを取得している。しかし, プロセスガス流量のトレーサビリティ体系が実用的に整備されていないことによりメーカー間でプロセスガス流量が異なる場合がある。ユーザーがマスフローコントローラメーカーを変更するときには, 再度プロセス条件を確定するために多くの労力を費やす場合がある。また, メーカーが取得するプロセスガス流量データの信頼性が不明といったことが起こる。このためマスフローコントローラメーカーに対してプロセスガス流量の標準化の要求が強くなり, 現在SEMIスタンダード技術委員会で流量計測方法等の標準化の取組みが産業総合技術研究所の協力を得て進められている。

産業総合技術研究所で校正した流量計を用いて国家標準器と各マスフローメーカーの標準器の差を調査する計画で, 先ずは不活性ガスから準備をすすめている。掘場エステックはプロセスガス流量測定用のRate Of Rise (ROR)System^[3]を用いて参加する予定である。

おわりに

掘場エステック京都福知山テクノロジーセンターでのガス流量標準の取組みとISO/IEC 17025認定取得の取組みを紹介した。

掘場エステック創業時の社名は“スタンダードテクノロジー”である。その名はガス分析のための濃度標準技術を確立し業界の発展に貢献するおもしろいことが込められている。ガス流量校正機関としてISO/IEC 17025認定を取得することは創業時のおもしろいを具現化することである。

プロセスガス流量標準への取組みの項でも述べたが, SEMI JAPANのSEMIスタンダード委員会においてプロセスガス流量の標準化の取組みが, 産業技術総合研究所の協力を得ながら行われている。今回紹介した流量標準の技

術を液体流量標準に展開するとともに、堀場エステックが中心となってプロセスガス・液体流量標準技術を確立することおよび開発製品に展開することで業界の発展に貢献していく。

参考文献

- [1] 赤土和也, “最先端プロセスを支える技術 CRITERION D500シリーズ”, *Readout*, **43**, 53(2014)
- [2] 伊藤直人, 松岡里絵, “サービスに求められるニーズ”, *Readout*, **42**, 97(2014)
- [3] 清水哲夫, 磯部泰弘, 寺阪正訓, “株式会社 堀場エステック 京都福知山テクノロジーセンター (FTC)”, *Readout*, **45**, 15(2015)



磯部 泰弘

Yasuhiro ISOBE

株式会社 堀場エステック
ISO/IEC 17025 認定準備室
ISO/IEC17025 Accreditation Calibration System
Planning Office
HORIBA STEC, Co., Ltd.

圧力式マスフローコントロールモジュール CRITERION D507シリーズ

Pressure-Based Mass Flow Control Module
CRITERION D507 Series

長井 健太郎

Kentaro NAGAI

近年、IoTによる半導体デバイスのアプリケーションの増加に伴い、最先端の半導体工場に於いては装置のダウンタイムを最小にすることが重要課題である。このため、半導体工場の現場では装置やコンポーネントの不具合の事前検知を目的に、半導体プロセスの管理項目の増加や管理規格の厳格化が行われている。こういった状況に対して、マスフローコントロールモジュールは、要求される管理基準を満足するため、プロセスガスの流量精度及び個体間器差の向上、圧力変動の影響を受けにくい流量制御に加え、高速通信、不具合発生前の早期異常検知といった機能が求められている。D507シリーズは近年の半導体工場におけるコンポーネントの厳しい管理に対応すべくD500シリーズに追加ラインナップされた製品である。

Recently, with the increase of application of a semiconductor device according to IoT, the latest semiconductor factories are focusing to minimize the downtime of the apparatus. Therefore, for the purpose of failure pre-detection of semiconductor tools and its components, the managed parameters of semiconductor process are increased, and its specification is getting tighter. In order to satisfy the required control criteria, the mass flow control module is required to have high-speed communication and failure pre-detecting function as well as flow rate accuracy and reproducibility, inlet pressure insensitivity performance. D507 series is lined up on D500 series to meet strict management at recent semiconductor factory.

はじめに

近年、半導体デバイスのアプリケーションの増加に伴い、最先端の半導体工場に於いては半導体製造装置のダウンタイムを最小にすることが重要課題である。このため、半導体工場の現場では製造装置やそのコンポーネントの不具合の事前検知を目的に、半導体プロセスの管理項目の増加並びに規格の厳格化が行われている。このような状況に対して、マスフローコントローラ及びマスフローコントロールモジュール^{*1}(以下MFC)は、要求される管理規格を満足するため、プロセスガスの流量精度及び個体間器差の向上、圧力変動の影響を受けにくい流量制御に加え、近年では高速通信、不具合発生前の異常検知といった機能が求められている。これらの性能及び機能は、メモリーデバイスの立体構造化に伴うシビアな半導体プロセスの管理規格への対応にも合致する。本稿では、最先端の半導体工場で実績のあるマスフローコントロールモジュール『CRITERION』(クライテリオン)D500シリーズ、及び半導体工場における

製造装置のコンポーネントの管理傾向と、その傾向に対応すべく開発したEtherCAT通信モデルD507シリーズについて紹介する。

^{*1}: マスフローコントロールモジュールは、マスフローコントローラに流量制御以外の機能を付加した機器。

D500概要

圧力式MFCは圧力センサの高速応答性と安定性を活かすことで、従来の熱式MFCに比べて高速応答、高精度を実現した。D500はD200シリーズに続く堀場エステックの2世代目の圧力式MFCであり、主にエッチングプロセス装置を中心に採用されている。Figure 1にD500の外観を示す。D500の外形寸法は、従来のMFCと同様に半導体製造装置に関する国際規格SEMI F82に準拠している。

Figure 2に、D500の構造を示す。構成部品は、ガスライン

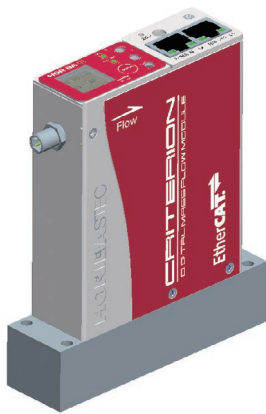


Figure 1 D507 Appearance

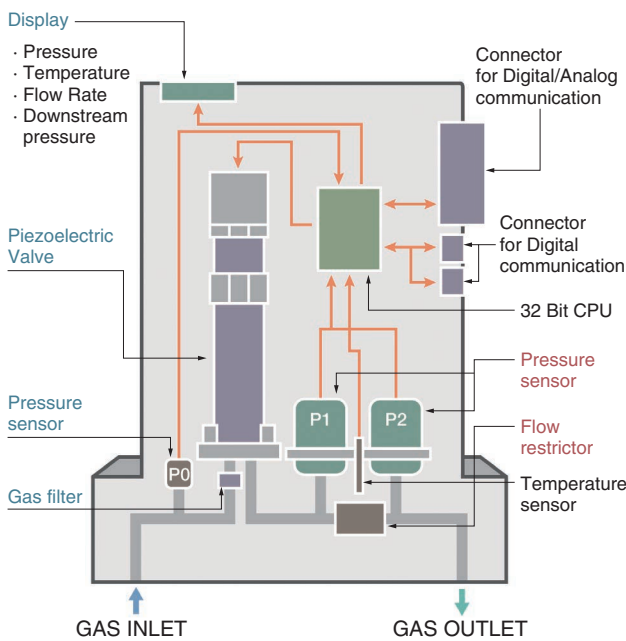


Figure 2 D500 Internal structure

の供給圧力を監視する圧力センサ、異物から本体を保護するためのガスフィルタ、コントロールバルブ、2個の圧力センサと層流素子抵抗体(以下リストリクタ)、温度センサから構成されている。

コントロールバルブの駆動は、高速駆動と低消費電力に優れたピエゾアクチュエータを採用している。

流量出力は、リストリクタの上流側圧力と下流側圧力、及

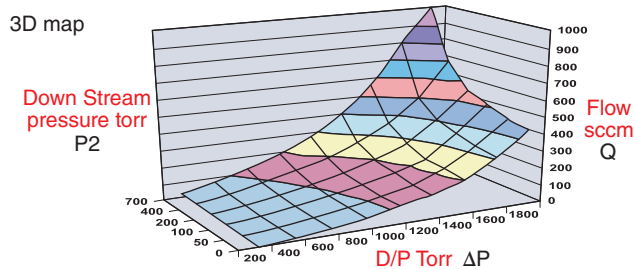


Figure 3 Flow rate and pressure property of restrictor

びガス温度から算出している。流量制御は、任意の設定流量と流量出力との比較演算にてコントロールバルブの駆動量を算出し、フィードバック制御している。

Figure 3にリストリクタの流量特性を示す。プロセスガスの流量特性を圧力と流量で3次元マッピングしている。この流量特性は実際のプロセスガスで測定されたリストリクタのガスデータをD500本体に持たせていることで、高精度な流量計測を実現し、プロセスガスで設定値に対して流量精度±1%を保証している。

ワイドレンジ制御性

Figure 4にリストリクタの下流側圧力が減圧状態における上流側圧力と流量の関係を示す。ここで低圧での非線形特性によって低流量域の差圧流量特性の勾配が大きくなっていることが分かる。これにより低流量域での流量変動が大きな差圧出力として検出することができ、低設定流量域まで高い分解能で流量計測出来ることがD500最大の特徴である。

制御範囲はフルスケールの100%から下は最小0.2%までの制御を実現している。これまで複数台でカバーしていた流量レンジがD500を用いると1台で対応出来るため、製造装置に搭載されるMFCと、関連するライン構成部品の削減が可能となる。

耐食性の向上

D500は主にエッチングプロセス装置にて採用されてきたが、近年は採用頂くアプリケーションが増加し、さらに過酷な環境下で使用されるケースが増えてきた。特に拡散プロセス装置に於けるクリーニングプロセスでは、HFやF₂といった腐食性の強いガスが使用される。D507では、耐食性に優れたニッケル系合金及びコバルト-ニッケル合金を、圧力センサやコントロールバルブといったクリティカルなパーツに採用した。これにより、腐食性ガスに対する製品の耐久性が向上し、製造装置のダウンタイム低減に貢献する。

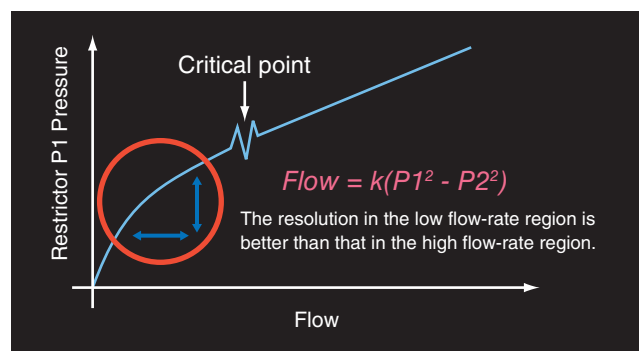


Figure 4 Non-Linearity property of restrictor

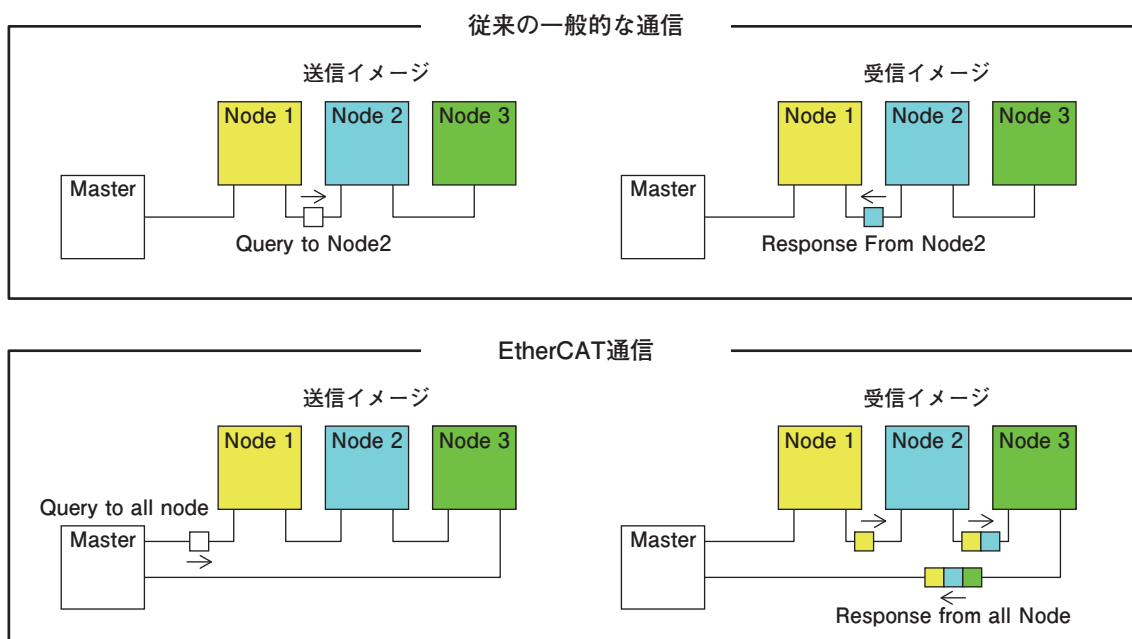


Figure 5 Transmission and reception of traditional communication and EtherCAT communication

半導体プロセスの管理傾向とEtherCAT

半導体製造装置及びそのコンポーネント機器の管理規格は、より厳しくなってきた。管理対象の機器は増え、また既存の管理対象機器については、管理パラメータが増加し、その規格は厳しさを増している。MFCは、製品デバイスの品質に影響し得る重要制御機器であるため、その管理規格は特に厳しい。従来はMFCの流量出力と供給圧力の管理のみであったが、近年は流量出力の元となるセンサ出力をはじめ、MFCの機能に関わるあらゆる信号の出力を求められる。これらの信号は時系列でモニタされ、機器の故障、異常を早期に検知することが目的で使用される。

この時、管理コンポーネントの増加による接続機器数と、各機器との情報伝達量の増加により、通信サンプリング速度の低下が懸念される。この懸念を払拭するために導入されているのが、EtherCAT通信である。

EtherCATは、ドイツのベッコフオートメーション(Beckhoff Automation)によって開発された、イーサネット(Ethernet)と互換性のあるオープンなフィールドネットワークである。EtherCATは相互互換性を保つことを目的に、2003年に設立された「EtherCAT Technology Group(略称: ETG)」によって、機能要件や認証手順などが規定・管理されている。また半導体向けのEtherCATのプロファイルを規定するため、SEMIワーキンググループとして、電源、通信仕様の共通項目を規定するための取り組みも行っている^[1]。

EtherCAT通信の最大の特徴は、従来使われていたポーリングや、時分割、ブロードキャストとは異なる方法で、通

信のリアルタイム性を実現していることである。マスターから出発するEtherCATパケットは、順番に全てのスレーブを通過していき、折り返して再びマスターへ返るように設計されている。

おわりに

D500は製品リリース以降、最先端の半導体プロセスの現場で厳しい性能及び管理規格要求に引き続きしてきた製品である。今回EtherCAT通信に対応したD507の追加ラインナップにより、今後さらに厳しくなっていく性能及び管理規格の要求に引き続きられる製品となった。D507を採用頂くことで、今後の最先端の半導体プロセスを支え、半導体技術の発展に貢献し続けたいと考えている。

参考文献

- 【1】 町井和美, “いまさら聞けない EtherCAT入門”産業用ネットワーク技術解説, <http://monoist.atmarkit.co.jp/mn/articles/1309/17/news001.html>(参照日: 2016/11/02)
- 【2】 赤土和也, “最先端プロセスを支える技術CRITERION D500シリーズ”, *Readout*, 43, 53(2014)



長井 健太郎

Kentaro NAGAI

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計1部
Development Design Dept. 1
HORIBA STEC, Co., Ltd.

超微細半導体製造プロセスに向けた 熱式マスフローコントローラの開発

Development of Thermal Mass Flow Controller for
Further Miniaturized Semiconductor Devices

瀧尻 興太郎

Kotaro TAKIJIRI

岡野 浩之

Hiroyuki OKANO

家城 篤史

Atsushi IEKI

マスフローコントローラ(MFC)は半導体市場の拡大と微細化に伴い進化を遂げている。2000年代、顧客の在庫削減の要求から1台のMFCでガス種や流量レンジを変更できるマルチガス・マルチレンジ機能(MR/MG)を有したMFCが開発され標準となった。2010年代にはガス供給ラインのコスト削減要求から供給側の圧力計と圧力レギュレータの機能を有したプレッシャーインセンシティブMFC(PI-MFC)が半導体プロセス市場で標準となっている。本稿ではさらなる半導体デバイスの微細化や立体構造化に伴うガス供給系への要求から次世代のMFCの開発について述べる。

Mass Flow Controller (MFC) has been evolved for semiconductor industry expansion and micro-fabrication. Since the year 2000, many multi-range, multi-gas configurable type MFC's have been developed and standardized in order to reduce the number of configurations of MFC gas species and flow ranges which were typical required in the customer's inventory. Since 2010, the "Pressure Insensitive MFC" (PI-MFC) was developed for further reduced-cost semiconductor processes; which has inlet pressure monitoring and high flow stability without the need for a separate inlet pressure regulator. This paper expresses a development of a next generation of thermal MFC, beyond PI-MFC, for nanometer-scale semiconductor processes.

はじめに

近年、あらゆる物に半導体デバイスが搭載されインターネットに接続されるInternet of Things (IoT)が提唱されており、大量のデータを扱うためのデータセンターやサーバー需要が高まっている。半導体市場ではSolid State Disk (SSD)などのメモリ需要の増加により、3D NANDのメモリーセル高層化が進んでいる。またスマートフォンなどで使用されるプロセッサはさらに高速化・省電力化が求められ、3次元構造のFinFETなどの開発が進んでいる。半導体デバイスではナノメートルスケールの複雑な構造となっており半導体製造プロセスでは原子レベルの制御が求められ、原子一層分を成膜するAtomic layer deposition (ALD)や除去を行うAtomic layer etching (ALE)などのプロセスが重要となっている。

最先端プロセスのマスフローコントローラ(MFC)の開発において、ナノメートルスケールの超微細化に伴いプロセスガスの質量流量に対して高い精度・再現性が求められる。流量応答性に対してはプロセスによって要求が異なる。

り、高速応答性を求めるプロセスや安定性を重視するプロセスなど要求が多様化している。さらに半導体製造のコスト競争力や歩留まりを上げる為に、装置間の機差を小さく抑えることが重要となっており、MFCの流量精度や応答性能の器差も小さくすることが課題となっている。また、ナノメートルレベルのパーティクルがデバイスの欠陥につながる為、MFCの接ガス部はガスが残留しにくいデッドボリュームを抑えたパーティクルフリー構造が望ましい。

製造装置構成も大きく変化しており、次世代の通信プラットフォームとしてEtherCAT (Figure 1)の採用が進んでいる。高速なデータ通信が可能となりMFCの様々な内部状態のデータをリアルタイムで収集することが可能となり、MFCの状態を監視しプロセスで発生するトラブルを未然防止する動きが進んでいる。

半導体製造装置に搭載されているMFCは熱方式マスフローコントローラ(TMFC)と差圧方式マスフローコントローラ(PMFC)の2つの測定原理が主流となっており、本稿ではTMFCのナノメートルレベルプロセス向けのプラッ



Figure 1 EtherCAT mass flow controller

トフォームについて述べる。まずTMFCとPMFCの原理・特徴を比較しTMFCの開発課題について述べる。

TMFC・PMFCの原理と開発課題

TMFCについて

Figure 2に熱式流量センサの構造を示す。ガスが流れるス

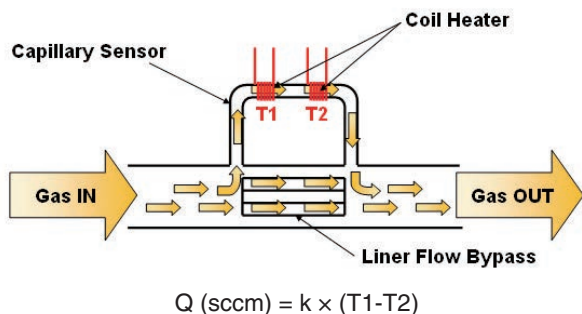


Figure 2 Principle and structure of the thermal flow sensor

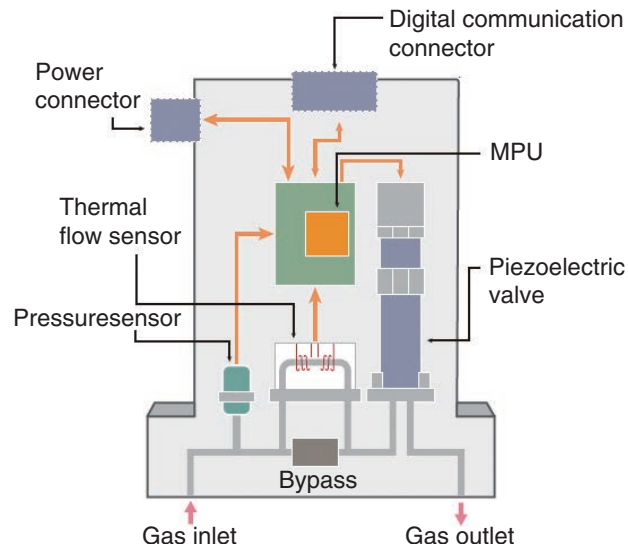


Figure 3 TMFC internal structure

テンス毛細管の流路上に大きな抵抗温度係数を有する電熱線(Coil Heater)を上流側と下流側に2箇所巻きつけた構造となっている。流量計測は電熱線に電流を流して自己発熱させ、ヒータ線が一定の温度になるよう制御され、ガスの流れによる電熱線の温度分布変化から流量計測を行う。

Figure 3にTMFCの構成を示す。流量計測部がバルブの前段に配置されており、MFCの二次側動作圧力範囲が広いことが特徴となっている。また、熱式流量センサに流れる流量を分流する層流素子抵抗体(以下、バイパス)を搭載し、大流量まで計測可能となっている。

PMFCについて

PMFCの検出原理は流路に差圧を発生させる圧損体を用い流量を検出する差圧式流量計(Figure 4)である。圧損体は非線形性を有した差圧-流量特性を活用することで、低流量域では高い流量感度特性を得られ流量計測のワイドレンジ化が可能となる。また、差圧を検出する圧力センサは熱式流量センサより応答性にも優れており、流量高速応答化が可能となる。

Figure 5にPMFCの構成を示す。バルブが流量計測部よりも前段にあるためMFCの供給圧力変動に対して高い流量安定性を有している。しかし、高い流量精度を維持するには二次側圧力が低真空以下の条件が必要となる。

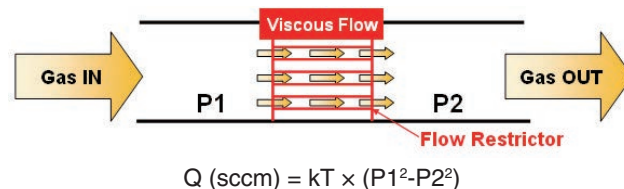


Figure 4 Principle and structure of the pressure flow sensor

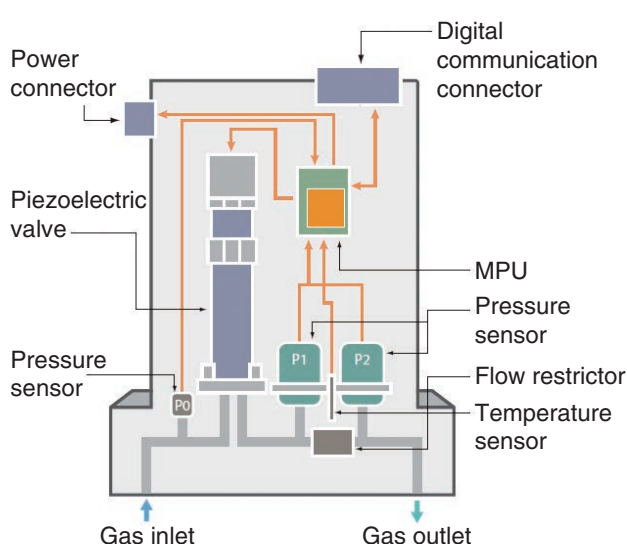


Figure 5 PMFC internal structure

Table 1 Comparison of TMFC and PMFC

Content	TMFC	PMFC
Down stream pressure	○ : Vacuum to Atmosphere	△ : Vacuum to 400Torr
Flow sensor	△ : Heated coil	○ : No heat
Self diagnosis	× : No	○ : Yes
Minimum control range	△ : 2%	○ : 0.2%
Low set-point flow accuracy (2%)	△ : 0.25%	○ : 0.05%
Step up response	△ : 1 sec	○ : 0.8 sec
Step down response	○ : Fast	△ : OK
High flow rate capability	○ : 500SLM	△ : 50SLM
Inlet pressure sensitivity	△ : OK	○ : Good

TMFCの開発課題について

TMFCとPMFCの比較をTable 1に示す。近年、低流量域での流量精度を求められるプロセスや、流量応答高速化の要求が増えてきており、PMFCの方が優位となってきている。次世代のナノメータースケールの超微細化プロセスに向けたTMFCの開発において技術課題を3つあげ、その技術的解決策について述べる。

1. 流量精度の向上
2. バルブの性能向上
3. 流量応答性能の向上

技術的解決策

1. 流量精度の向上

熱式流量センサは流体の熱流量を検出することで質量流量を計測しており、精度向上の為に巻線とプロセスガス間の熱交換率を高くする必要がある。次世代のTMFCにおいて、熱交換率の向上をコンセプトとし、流量センサの設計パラメータの見直しを行った。

Figure 6に各センサの流量出力特性を示す。熱伝導率の低いSF₆ガスにおいて、その差は顕著に表れており、新型センサでは熱交換率が向上したことにより、より直線的な特性を得られている。

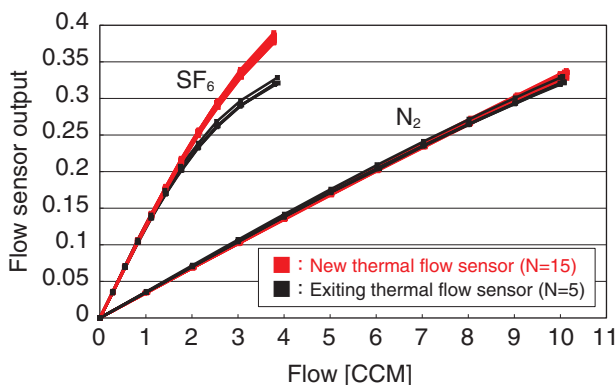
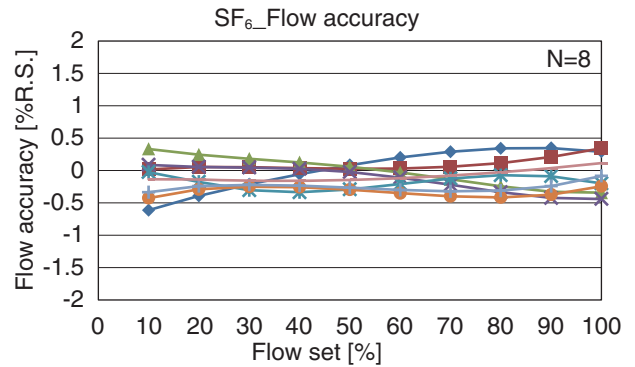
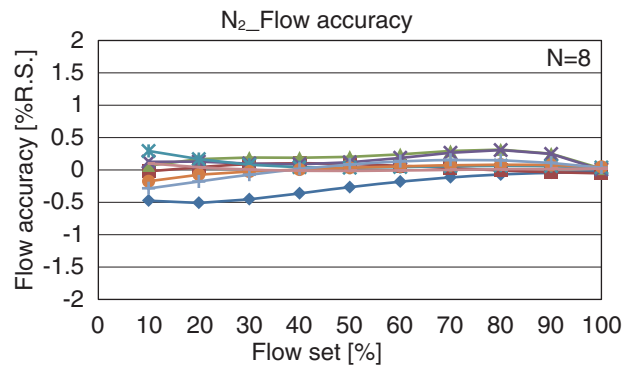


Figure 6 Experimental results of flow output signal



(a) N₂ flow accuracy results



(b) SF₆ flow accuracy results

Figure 7 Experimental results of flow accuracy

現行センサと新型センサの流量精度比較をFigure 7に示す。センサ特性がより直線的になったことで流量精度が改善しており、低設定でも読み値の±1.0%以内を満たす。

2. バルブの性能向上

半導体プロセスでは反応性ガスの滞留などによりバルブの流路壁面に反応生成物が付着し、パーティクルやシートリーク発生の原因となる。バルブにおいても新規設計を行い、接ガス部から駆動部をダイアフラムで隔離し、接ガス部品とデッドボリュームを削減することでパーティクルの付着・発生を抑制する構造となっている。Figure 8に新たな

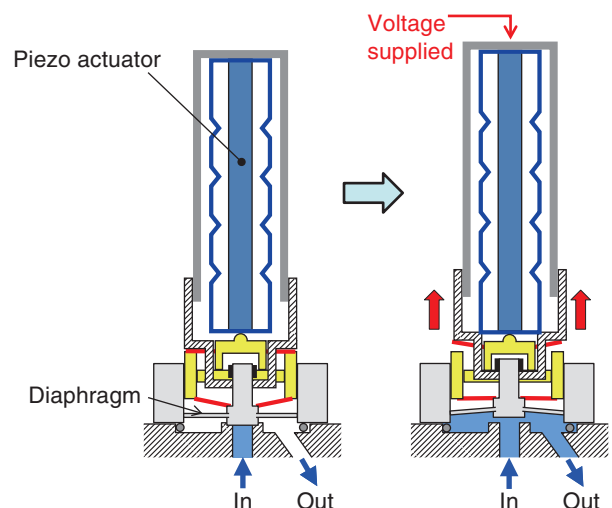


Figure 8 Valve structure

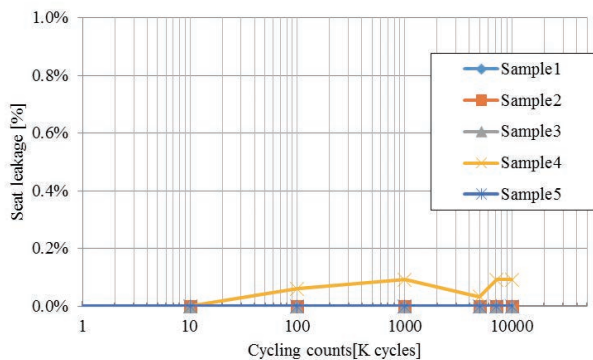


Figure 9 Experimental results of valve seat leakage

なバルブ構造を示す。

また、バルブには高い閉止性と耐久性が求められ、1000万回以上の開閉サイクルにおいてもバルブ閉止性能を維持することが求められる。バルブシート面にはフッ素系樹脂を採用することでシートリーク性能を向上させている。Figure 9にバルブのサイクル試験結果を示す。

3. 流量応答性能の向上

半導体装置間の機差低減の要求が高まっており、流量応答性能に対して応答時間やオーバーシュートの器差低減が求められている。流量制御設計にはPID補償を採用し、内部モデル制御 (Internal model control, 以下IMC) の設計法を適用した。Figure 10においてIMCによる制御系設計手法について示す。MFCの制御対象 $G_p(s)$ の出力 $y(s)$ と制御対象モデル $\hat{G}_p(s)$ の出力 $y_M(s)$ を比較し、フィードバック

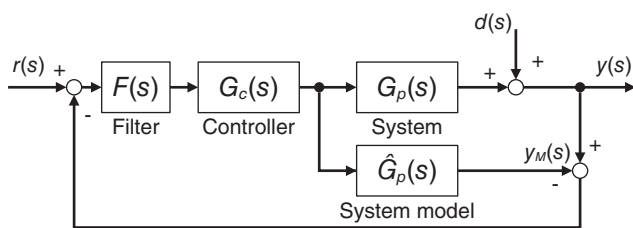


Figure 10 Control system

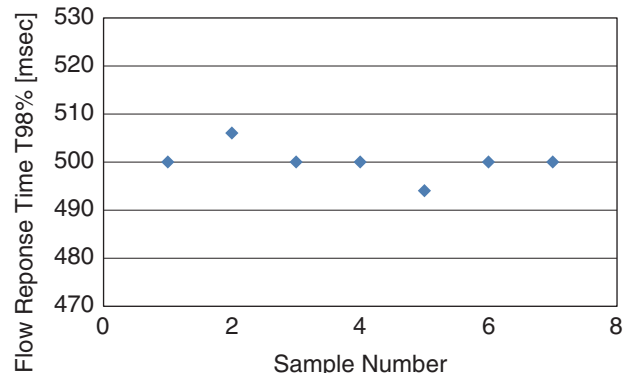


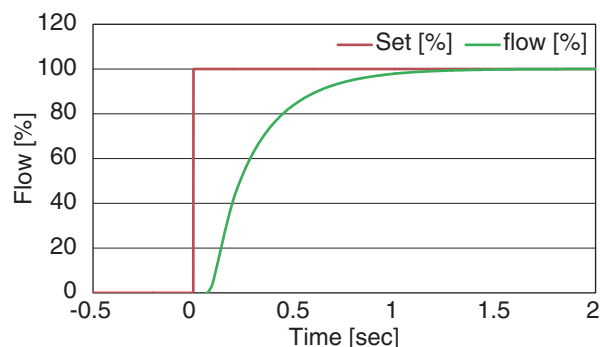
Figure 11 Sample to sample variation of flow response

することでモデル化誤差や外乱 $d(s)$ を補償する。さらに、モデル化誤差の影響を最小限に抑えてロバスト性を向上するため、制御器 $G_c(s)$ にフィルタ $F(s)$ を直列に接続した。

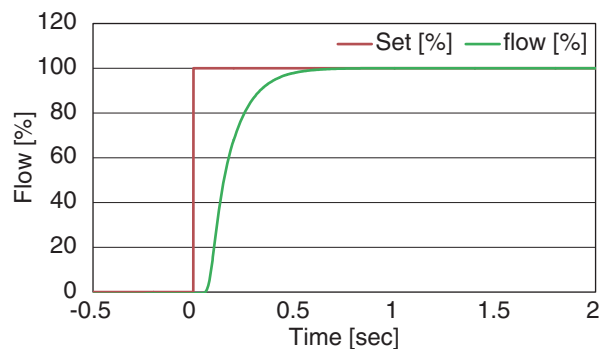
Figure 11に流量応答時間の器差について示す。IMCを適用することで流量応答の98%到達時間のバラツキは ± 10 ms以内の結果となった。

さらに、多様な流量応答時間の要求に対して、独自の制御アルゴリズムにより流量応答時間を設定する機能を有するコントローラを開発した。

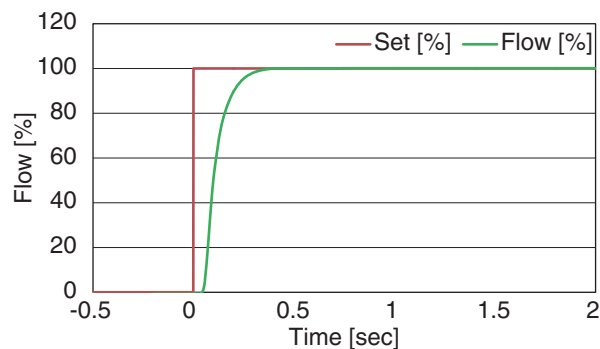
Figure 12では流量応答時間を1000 msec・500 msec・300 msecに設定した結果を示す。なお、流量応答時間は98%到達時間を設定する。



(a) Response time set 1000 msec



(b) Response time set 500 msec



(c) Response time set 300 msec

Figure 12 Step-up flow responses

おわりに

本稿ではナノメートルスケールの超微細プロセス向けのTMFCのプラットフォームについて述べた。新たに開発されたバルブ・熱式流量センサ・制御アルゴリズムを適用することにより高精度・高速応答を有し、バラツキを抑えた性能を実現することができる。

堀場エステックが流量計測基準の為にMFCを開発してから30年を超える。半導体デバイスの微細化を支えてきたMFCは、また半導体デバイスの微細化の恩恵を受け、CPUを搭載した高機能なデジタルMFCが開発された。半導体の進化と共に歩んできたMFCは本稿で述べた大量のデータを安価に蓄積できる時代を背景に、膨大なデータを製品の品質向上や新規製品開発に活用することが重要と考える。近年ではMFCの生産に対する継続的なバラツキの改善を求められておりMFCの生産で収集されるデータを統計的管理手法(SPC)などにより管理していくことが重要となっている。また、フィールドのデータを活用することで製品の不具合未然防止に活用することも重要である。このようなMFCの多数多様なデータを蓄積し分析することで、技術的課題やニーズを発掘し、MFCの信頼性向上と付加価値を生み出すことが重要と考える。

参考文献

- 【1】 家城篤史, “内部モデル制御によるPID補償器の設計法”, *Readout*, 43, 51(2014)
- 【2】 赤土和也, “最先端プロセスを支える技術 CRITERION D500シリーズ”, *Readout*, 43, 54(2014)



瀧尻 興太郎

Kotaro TAKIJIRI

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計1部
Development Design Dept. 1
HORIBA STEC, Co., Ltd.



岡野 浩之

Hiroyuki OKANO

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計1部
Development Design Dept. 1
HORIBA STEC, Co., Ltd.



家城 篤史

Atsushi IEKI

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計1部
Development Design Dept. 1
HORIBA STEC, Co., Ltd.

次世代リソグラフィ技術に応用する ブロックコポリマーの重合技術

Polymerization Technology of Block Copolymers for
Next Generation Lithographic Application

川口 幸男

Yukio KAWAGUCHI

DSA(誘導自己組織化: Directed Self-Assembly)技術は低コストで微細なパターン形成が可能のため次世代のリソグラフィには欠かせない技術である。現状のリソグラフィ技術とDSAを組み合わせることでより微細な規則的なパターン形成が可能となる。DSAプロセスはBCP(ブロックコポリマー: Block Copolymer)という材料自身が規則的な自己組織化,いわゆるミクロ相分離構造を形成する特徴を用いてパターンを形成する。BCPを用いた微細パターン形成では,ハーフピッチ10 nm未満のミクロ相分離構造を形成することも可能である。BCPの自己組織化によって得られた相分離領域はポリマーのサイズ(分子量)と一致し,そのサイズは構成しているブロックの重合中に制御できるものである。DSAプロセスではポリマーサイズをより精密に制御し,BCPを量産する技術が要求されている。我々は新しく得たりビングアニオン重合技術を用いて,ポリマーサイズを精密に制御し,BCPの量産に成功した。

Directed self-assembly (DSA) is an essential technology for next generation lithography to achieve the micro patterning with low cost. Half pitch pattern formation less than 10 nm is getting possible to combine DSA with conventional lithography technology. In DSA process, the pattern is formed using the feature which block copolymers (BCPs) form regular self-assembled structure, so-called microphase-separated structure. The micro pattern formation using BCPs can form microphase-separated structure of less than 10 nm half pitch. The phase-separated domains obtained by BCP self-assembly correspond to the size of the polymer (molecular weight), which can be controlled during the synthesis of the constituent blocks. In DSA process, the technology which controls the polymer size more precisely and mass-produces BCPs is requested. We succeeded in controlling the polymer size precisely and mass production of BCPs using the living anionic polymerizing technology.

はじめに

堀場エステックの流体計測機器・制御機器は半導体製造装置を中心に,太陽電池製造装置,LED製造装置,FPD装置などで広く使用されている。2013年12月に竣工した京都福知山テクノロジーセンター(Figure 1)で新しい分野でのアプリケーション拡大を目指し,高付加価値のポリマー材料開発を開始した。堀場エステックが化学分野に参入することを疑問に感じる方が多いと思うが,我々はある特定の材料開発には半導体製造装置で重要となる弊社の流体制御技術が利用できると考えている。半導体デバイスのさらなる微細化に伴い,次世代リソグラフィ技術として,DSA(誘導自己組織化: Directed Self-Assembly)という技術が近



Figure 1 Kyoto Fukuchiyama Technology Center

年注目されている。DSAは低コストで微細なパターン形成が可能のため、現状のリソグラフィ技術とDSAを組み合わせるプロセスの研究開発が多くのデバイスメーカーで進められている^[1-3]。DSA技術に用いられる材料はBCP(ブロック copolymer: Block Copolymer)というブロック共重合体で、次世代リソグラフィプロセスに適応するためには精密な重合技術が必要であり、量産装置には高度な流体制御技術が不可欠であると考えられる。本稿ではDSAプロセスにおけるBCPの重合技術について紹介する。

次世代リソグラフィ技術: DSA技術

DSAは誘導自己組織化といい、ハーフピッチ15 nm以下の微細加工を必要とする次世代リソグラフィ技術の一つである。従来からのArF液浸リソグラフィやEUV(Extreme Ultraviolet)リソグラフィのように、露光光源の短波長化によってレジストパターンの微細化を実現するのは異なり、DSA技術は高分子材料が自発的に規則的な自己組織化、いわゆるマイクロ相分離構造を形成する特徴を用いて微細化を実現するものである(Figure 2, 3)^[4-6]。BCPを用いた微細パターン形成では、BCPの自己組織化によって得ら

れた相分離領域のサイズはポリマーのサイズ(分子量)と比例し、分子量は重合反応により制御可能である。つまりポリマーサイズ=パターンの線幅と言える。またBCPは組成比に応じて異なる相分離構造をとるため、組成比を制御することによってL&S(Line & Space)やCH(Contact Hole)などのパターンを形成していく。DSA技術は新規の半導体製造装置の開発を必要とせず、現状の露光装置や塗布装置、エッチング装置などの継続利用が可能なることから、既存の半導体製造装置を延命できるばかりではなく、ハーフピッチ15 nm以下のシリコン半導体を低コストで製造できる。DSAを次世代リソグラフィプロセスに適応するためにはBCPの分子量と組成比をより精密に制御し、BCPを量産する必要がある。

リビングアニオン重合技術

BCPの分子量と組成比を精密に制御するために、我々はリビングアニオン重合技術を使用する。工業的に広く用いられるラジカル重合法では、ラジカル活性種が不安定であり、移動反応や停止反応が伴うため分子量や分子量分布の制御は困難である。これに対してリビングアニオン重合法は、重合の成長活性種にLiやNaのようなアニオンをもつイオン重合の一種であり、この重合反応によりできたリビングポリマーは非常に安定である。移動反応や停止反応のような副反応が伴わないため、設計通りの分子量と分子量分布を持つポリマーが重合可能である(Figure 4)。リビングアニオン重合法はより精密な制御が可能であるが、反応系に水分および酸素などの不純物が混入すると重合反応自体が成立しなくなるため、反応系の完全脱水および脱酸素、モノマーの完全精製が必要なため量産は難しい。今回我々はこの難しいリビングアニオン重合の量産を半導体製造機器で培った流体制御技術を用いて実現した^[7, 8]。

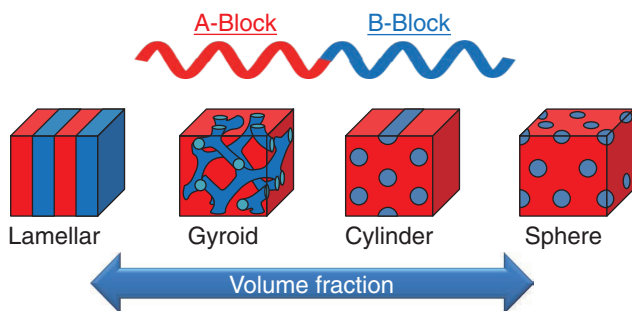


Figure 2 Microphase-separation of BCP

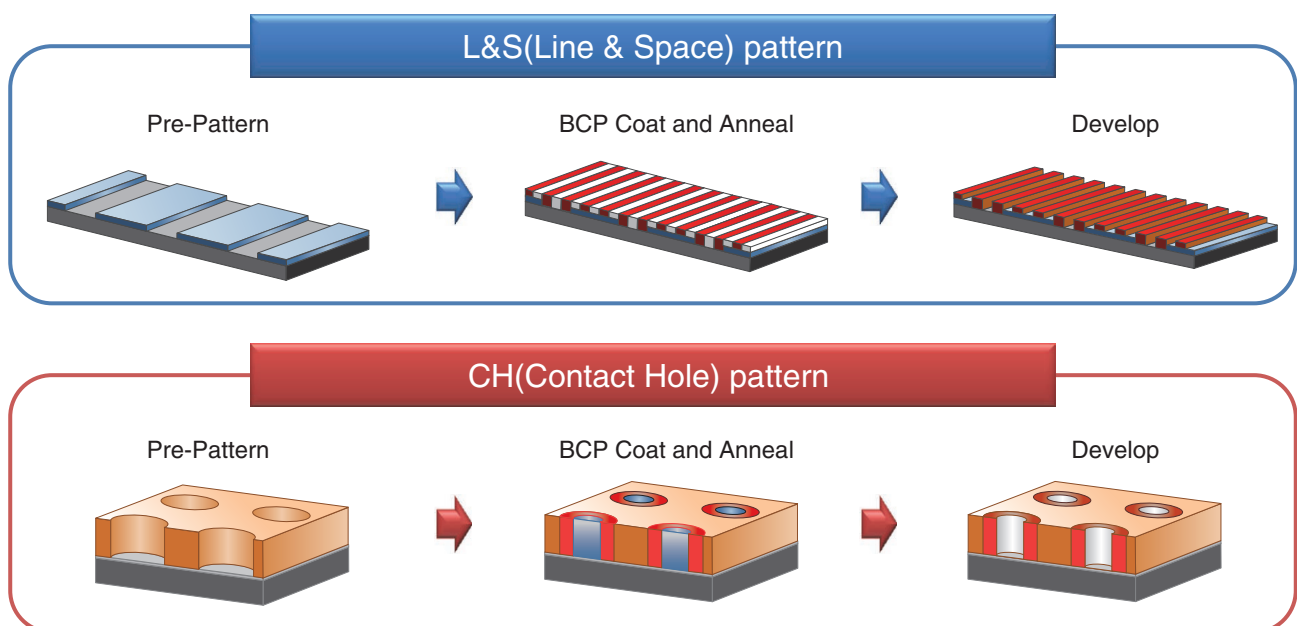


Figure 3 DSA: The micro pattern formation technology using microphase-separation of BCP

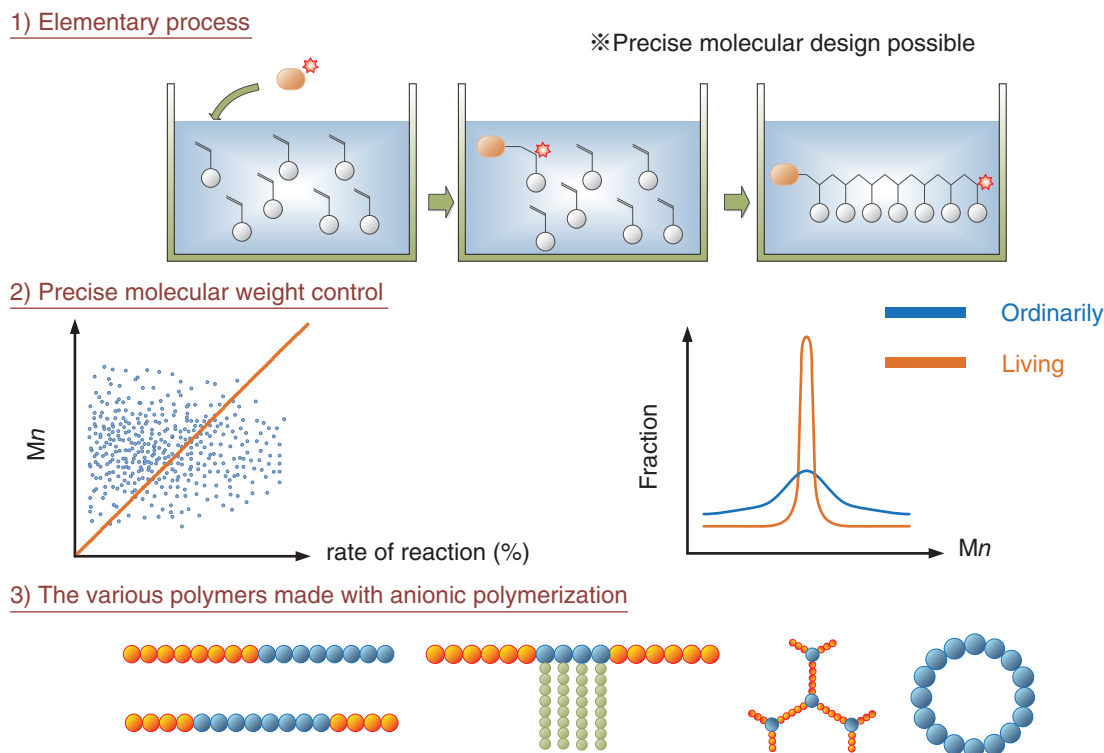


Figure 4 Living anionic polymerization

量産用重合装置

我々が開発した量産用リビングアニオン重合装置のコンセプトはBCPの分子量および組成比を精密に制御するため、自動オペレーション、オールステンレス、反応系制御(温度・圧力・流量)、高真空乾燥、ゼロリークである(Figure 5)。不純物の混入により従来スケールアップの困難であったリビングアニオン重合を約30 L反応釜のスケールで実現した。この装置を用いて標準的なBCPであるポリスチレン-ポリメタクリル酸メチルの重合を行い、分子量31,000、組成比51:49、分子量分布1.10、ハーフピッチ11.0 nmのL&S用ラメラ構造のDSA材料を製造することができた。その他仕様の違いやハーフピッチ10 nm以下実現に必要な高解像材料(high- χ 材料)の製造も行うことができる。

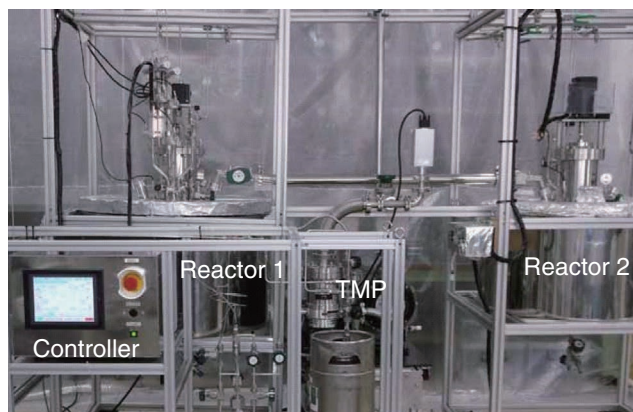


Figure 5 Living anionic polymerization equipment for mass production

今後の課題

量産用装置の開発には成功したが、この装置を用いて実際にDSA材料であるBCPを安定供給できるかは、今後、十分に評価していく必要がある。DSAプロセスが量産採用され、急激に材料需要が増加した際に、プロセスの最重要部品である材料を安定供給できるか否かは、今後の半導体産業にとっても非常に重要なことである。またプロセス断面から考えるとDSAの欠陥は大きな課題となっている。材料による欠陥もあれば、環境やパーティクルによる欠陥も多く存在し、DSA技術が量産採用されるためには、これらの課題が解決されなければならないだろう。

終わりに

DSAプロセスは微細化、コストの面で非常に有効であるにも関わらず、未だに量産化に至っていない。この大きな要因はDSAプロセスの欠陥にある。現状のフォトリソグラフィを用いた次世代の微細化技術であるマルチパターンングに比べるとDSAの欠陥はまだ多く存在する。欠陥の要因は様々であるが、我々は材料要因の欠陥の課題を解決し、一日でも早くDSAプロセスが量産採用され我々の材料が産業に貢献できるよう最善の努力をしていく。そのためにもBCPの重合技術をさらに向上させ、より良い材料を提供していく必要がある。掘場エステックとしてはDSA材料を一つの新規アプリケーションと考え、今後も半導体産業に如何に貢献できるかを考え新たな製品を創造していく。

参考文献

- [1] D. J. C. Herr, *J. Mater. Res.* 2011, **26**, 122.
- [2] C. Park, J. Yoon, E. L. Thomas, *Polymer*, 2003, **44**, 7779.
- [3] R. A. Segalman, *Mater. Sci. Eng. R*, 2005, **48**, 191.
- [4] G. E. Molau, "Block Copolymers", S. L. Agarwal, Ed; Plenum Publishing Corporation, New York, N.Y., 1970.
- [5] A. Norshay and J. E. McGrath, "Block Copolymers : Overview and Critical Survey", Academic Press Inc., New York, N.Y., 1977.
- [6] G. Riess, "Encycl. Polym. Sci. and Eng.", John Wiley & Son, Inc., New York, N.Y., 1986.
- [7] Y. Kawaguchi, T. Kosaka, T. Himi et al., *the 1st International Symposium on DSA*, October 2015.
- [8] T. Kosaka, Y. Kawaguchi, T. Himi et al., *SPIE Advanced Lithography 2016, Proc. of SPIE*, **9779**, 977916.



川口 幸男

Yukio KAWAGUCHI

株式会社 堀場エステック
開発本部 京都福知山テクノロジーセンター
Kyoto Fukuchiyama Technology Center
HORIBA STEC, Co., Ltd.

非分散赤外吸収分光による Cp₂Mgガス濃度のリアルタイム測定

Real-time Measurement of Cp₂Mg Vapor Concentration
using Non-Dispersive Infrared Spectroscopy

林 大介

Daisuke HAYASHI

青色発光ダイオード等の窒化ガリウム系半導体デバイスの製造プロセスに用いられるビスシクロペンタマグネシウムのガス濃度が、非分散赤外吸収分光法によってリアルタイムに測定できるようになった。通常の有機金属材料の場合とは異なり、C-H結合の変角振動に伴う12.8 μmの赤外吸収を利用することで、高精度のガス濃度測定が得られている。得られた実測データを検証すると、プロセス中にチャンバに供給されるガス濃度は、飽和蒸気圧から計算される値とは大きく乖離しており、またバブラーボトルによってガス濃度やそのキャリアガス流量依存性が異なっていることが分かった。本稿では、測定技術詳細を実験結果とともに紹介する。

Vapor concentration of bis-cyclopentadienyl magnesium, which is used for fabrication of gallium-nitride semiconductor devices such as blue light-emitting diodes, was measured by using non-dispersive infrared (NDIR) spectroscopy. Different from conventional NDIR measurements, infrared absorbance at 12.8 μm corresponding to C-H bending motion was utilized. From the measurement results, it becomes obvious that the vapor concentration was largely different from the concentration calculated from the saturation vapor pressure, and that the concentration and its dependence on carrier flow rate could be varied according to bubbler bottles. In this article, the detail of measurement technology along with experimental results was described.

はじめに

窒化ガリウム (Gallium Nitride : GaN) 系半導体デバイスでは、p-型層のドーパントとしてマグネシウム (Mg) が用いられている。ビスシクロペンタジエニルマグネシウム (Bis-cyclopentadienyl magnesium : Cp₂Mg) はそのMgの供給源として広く用いられている材料である。青色発光ダイオードの製造プロセスにおいてAmano 等が初めて使用し^[1]、その後、レーザダイオード、高電子移動度トランジスタなどの製造でも広く使用されるようになってきている^[2, 3]。常温では固体結晶であり、蒸気圧は30℃で0.068 Torrと、トリメチルアルミニウム (Trimethylaluminum) やトリメチルガリウム (Trimethylgallium) などの他の有機金属 (Metal Organic : MO) 材料と比べて極めて小さい^[4]。有機金属化学気相成長 (Metal Organic Chemical Vapor Deposition : MOCVD) プロセスにおいては、バブリングにより昇華されて反応炉に供給される。MOCVDプロセスで形成されたp-型層のMg濃度はデバイスの電気伝導度に大きく影響し^[5]、性能を決定づける要因の一つとなっている。そのため、デバイス製造メーカーからは、MOCVDプロ

セス時に供給されるCp₂Mgのガス濃度をリアルタイムにモニタリングすることが強く求められている。しかしその非常に小さい蒸気圧の為、プロセス中のガス濃度をリアルタイムに測定することは困難と考えられており、多くの製造ラインではCp₂Mg供給の最適化は未だに経験的な条件出しによって行われている。

我々はこれまで非分散赤外吸収分光法 (Non-Dispersive Infrared spectroscopy : NDIR) による半導体プロセス材料ガスのリアルタイム測定を提案してきた^[6]。今回我々は、これまで測定が困難とされてきたCp₂MgについてもNDIRを用いてリアルタイムにガス濃度の測定を行うことができたので紹介する^[7]。

Cp₂Mgの赤外吸収スペクトル

NDIRはガスの赤外線吸収特性を利用した濃度測定技術である。多くのガスが分子振動の励起を伴う赤外吸収ピークを持っている。NDIRは赤外吸収を示す一つの波長の吸光度を測定し、ガス濃度を決定する。NDIRによるMO材料ガ

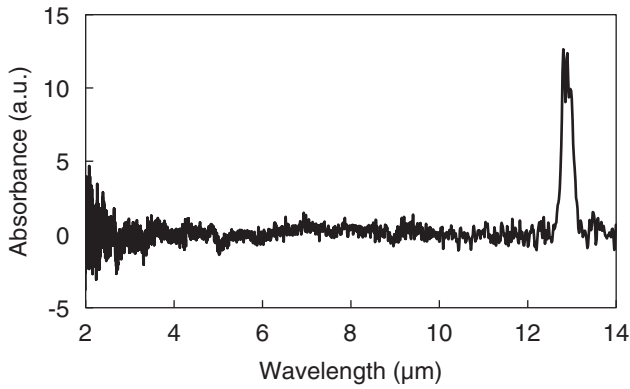


Figure 1 The infrared absorption spectrum of Cp₂Mg measured by FTIR. The FTIR measurement system was Model: FG-100 provided by HORIBA Co., Ltd., with HgCdTe detector and 2.4 m optical path length.

スの濃度測定の場合、一般には波長3.4 μmの吸収ピークが利用される。殆どのMO材料が分子内にC-H結合を有しており、その伸縮振動が3.4 μmの赤外吸収に相当するからである。しかしながらCp₂Mgの場合、他のMO材料の場合と比べて3.4 μmの吸収ピーク強度が非常に小さく、その吸光度からガス濃度を検出するのが難しい。それ故にNDIRを用いたCp₂Mgガス濃度測定はこれまで行われてこなかった。

フーリエ変換赤外分光光度計 (Fourier-Transform Infrared spectroscopy : FTIR) を用いて得られたCp₂Mgガスの赤外吸収スペクトルをFigure 1に示す。実際に3.4 μmの吸収ピークの強度は非常に小さく、ノイズに埋もれてしまっている。しかしながら、12.8 μmには強度の大きな吸収ピークが確認できる。これはCp₂Mg分子内のC-H結合の変角振動に伴う吸収ピークである^[8]。この吸収ピークを利用したNDIRガスモニタを構成すれば、Cp₂Mgガスのリアルタイム測定を行うことが可能になると考えられる。

NDIRガスモニタの構成

Figure 2にNDIRのガスモニタの構成を示す。ガスセルの両側に赤外光を透過するセレン化亜鉛 (ZnSe) の光学窓が取り付けられている。その外側に赤外光源とパイロセンサが設置され、ガスセル内に光路長200 mmの光学系が設け

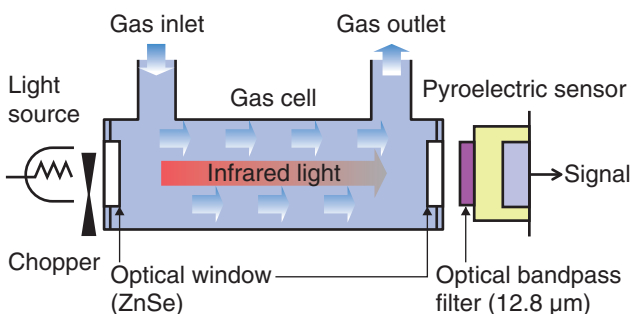


Figure 2 Schematic of the NDIR measurement system.

られている。パイロセンサの受光面には12.8 μmの波長を選択する光学バンドパスフィルタが取り付けられている。赤外光源とガスセルの間にはチョッパが設けられ、光強度に変調がかけられている。

ガスセル内にCp₂Mgガスが存在する場合、波長12.8 μmの赤外線吸収が起こる。その時の赤外吸光度Aは次式で定義される。

$$A = \log_{10} \left(\frac{I_0}{I_1} \right) \dots\dots\dots (1)$$

ここでI₀はベースライン強度、I₁はガスセルにCp₂Mgがある時の光強度である。予めガスセル内のCp₂Mgガス分圧と赤外吸光度の関係を検量線として取得しておけば、赤外吸光度を測定することで、リアルタイムにCp₂Mgガス分圧が得られる。このガスモニタを用いて、Cp₂Mgガス分圧フルスケールは76 mTorr、最小検出感度はフルスケールの1%となる測定を行うことができる。得られたCp₂Mgガス分圧からCp₂Mgガス濃度Cは、次式で計算される。

$$C = \frac{P_V}{P_T} \dots\dots\dots (2)$$

ここでP_VはCp₂Mgガス分圧、P_Tはガスセル内の全圧である。全圧はガスセルに接続される外部圧力計で測定される。

Cp₂Mgガス濃度のリアルタイム測定

Cp₂Mgガスを生成し、濃度のリアルタイム測定を行った。実験系をFigure 3に示す。Cp₂Mgボトルは熱浴に設置されて温度が調整される。ボトルにはマスフローコントローラ (MFC) で流量制御された精製窒素 (N₂) がキャリアガスとして導入される。ボトルの下流側にはキャパシタンスダイヤフラムゲージ (CDG)、NDIRガスモニタ、バックプレッシャコントローラ (BPC)、ドライポンプが設置されている。バブリングによって生成されたCp₂Mgガスはキャリアガス

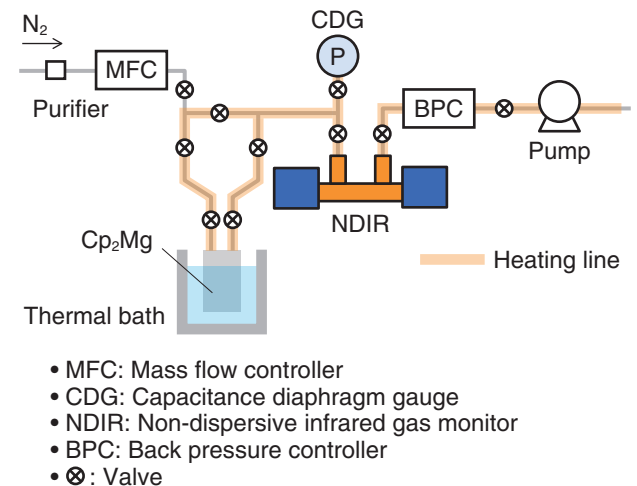


Figure 3 Experimental setup of Cp₂Mg bubbling and real-time vapor concentration measurement.

- MFC: Mass flow controller
- CDG: Capacitance diaphragm gauge
- NDIR: Non-dispersive infrared gas monitor
- BPC: Back pressure controller
- ⊗: Valve

によって配管内を搬送される。配管の全圧はBPCによって制御される。Cp₂Mgガスの凝結を避けるため、配管温度は60℃に制御される。NDIRシステムで測定されたCp₂Mgガス分圧はCDGで測定された配管の全圧から、Cp₂Mgガス濃度がリアルタイムに導出される。

発生ガス濃度のキャリアガス流量依存性

バブリングによって生成されたCp₂Mgガス濃度をリアルタイムで測定しながら、キャリアガス流量を変化させた。全圧は700 Torr, ボトル温度は30℃であった。測定開始5 min後に配管のバルブを切り替えてバブリングを開始し、キャリアガス流量を20 min毎に100-300-500-700-1000-100 sccm^{*1}と変化させた。Cp₂Mgガス濃度はNDIRガスモニタによって測定され、測定値は1秒毎にサンプリングされた。得られたガス濃度をFigure 4に示す。Cp₂Mgガス濃度はキャリアガス流量の変化に依らずほぼ一定であった。ボトル温度が固定された下では蒸気圧は一定と考えられるので、妥当な結果であると考えられる。Figure 4にはEquation 3のCp₂Mgの飽和蒸気圧P_sから計算される飽和濃度も示されている。

$$\log_{10} P_s = 25.14 - \frac{4198}{T} - 2.18 \ln T \dots\dots\dots (3)$$

ここで、P_sは飽和蒸気圧(Torr), Tはボトル温度(K)である。得られたガス濃度を詳細に調べると、最終の100 sccmの測定濃度は、最初の100 sccmよりも1.6 ppm 小さいものであった。これはバブリングの過程における昇華効率の低下を示していると考えられる。効率低下の主な原因としては、(i)昇華熱の損失によるボトル内部温度の低下、(ii)キャリアガス流路の固定化によるCp₂Mgとキャリアガスの接触面積の減少、などが考えられる。また全体にわたり、測定濃度は飽和濃度の66.6-68.8%にとどまっていた。これは、バブリングによって生成されたCp₂Mgガス濃度は飽和濃度に達していなかったことを示している。即ち、昇華されたCp₂Mgの流量とキャリアガス流量とが殆ど平衡状態になっていたが、ガスセルからはキャリアガスによって常にCp₂Mgが運びだされているため、ガスセル内は飽和蒸気圧に至らなかったと考えられる。

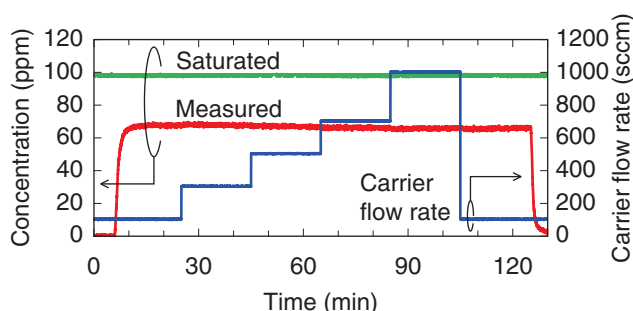


Figure 4 Result of real-time measurement of Cp₂Mg vapor concentration using the NDIR.

もしこのようにリアルタイムにガス濃度を測定していなければ、ガス濃度は飽和蒸気圧を頼りに計算をするしかない。しかしリアルタイム測定を行うことで、実際に発生しているCp₂Mgガス濃度を把握することができ、その値は飽和蒸気圧から計算される飽和濃度とは乖離したものであることがわかる。

*1 : sccm : Standard Cubic Centimeter per Minutes, 基準状態(0℃, 101.3 kPa)におけるガスの流量(mL/min)を表す単位

発生ガス濃度のボトル依存性

次に使用するCp₂Mgボトルによって発生するガス濃度やその流量依存性に違いが生じるかどうかを調べた。Figure 3に示した実験系を使用し、製造メーカと充填量の異なる2本のボトル、即ちボトルA(充填量50 g)とボトルB(充填量25 g)を各々、全圧800 Torr, ボトル温度30℃の下でバブリングした。測定開始5 min後に配管バルブを切り替えてバブリングを開始し、キャリアガス流量を30 min毎に900-780-120-260 sccmと変化させ、発生するガス濃度をNDIRガスモニタで測定した。得られたガス濃度とキャリアガス流量をFigure 5に示す。ボトルの違い以外の条件(キャリアガス流量, 全圧, ボトル温度)は同じものにしていてもかわらず、ボトルAの場合のガス濃度は62.6-63.2 ppmであったのに対し、ボトルBの場合は46.6-52.2 ppmと、ボトルAよりも小さい値を示した。またボトルAの場合、キャリアガス流量変化による濃度変化は1 ppm以下であったのに対して、ボトルBの場合はそれより大きい濃度変化を示しており、特にキャリアガス流量を780 sccmから120 sccmに変化させた時に5.6 ppmという大きな濃度変化を示した。即ちこれは、ボトルAではキャリアガス流量を変えても単位キャリアガス分子あたりの持ち出すCp₂Mg分子数は一定であるが、ボトルBではキャリアガス流量を増やすと減少してしまうことを示している。ボトルAとBは材料の充填量が異なっており、またボトルの内部構造も異なっているものと推測される。それらの違いがこのような発生ガス濃度やキャリアガス流量依存性の違いの原因になっていると考えられる。

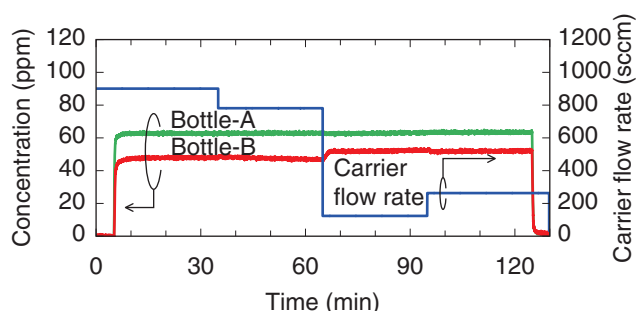


Figure 5 Difference of measured vapor concentrations between 2 bottles of Cp₂Mg.

このように、同じ条件にしてバブリングを行っても、発生するCp₂Mgガスの濃度やその流量依存性はボトルによって異なる場合があることが分かる。したがってプロセスの良い再現性のためには、常に発生ガス濃度をモニタすることが必要であるといえる。

測定濃度の妥当性検証

最後にNDIRガスモニタの測定濃度の妥当性を確かめるため、Cp₂Mgを連続的に長時間バブリングして消費した後、次の2つの量を比較した。即ち、(i)測定ガス濃度から計算されるCp₂Mg消費量と、(ii)ボトル重量の減少量である。バブリングにおけるCp₂Mgガス流量Q_Vは以下の式で計算される。

$$Q_V = \frac{C}{1-C} Q_C \dots\dots\dots (4)$$

ここでCは測定濃度、Q_Cはキャリアガス流量である。連続バブリングにおけるCp₂Mgの消費量Mは、Q_Vを積分することで計算される。

$$M = \int_{\text{bubblingtime}} Q_V dt \dots\dots\dots (5)$$

キャリアガス流量300 sccm、全圧700 Torr、ボトル温度35℃の下で、総バブリング時間40 hと80 hの連続バブリングを行った。ボトルの重量測定には最小分解能0.01 gの電子天秤を用いて行った。結果をTable 1に示す。測定された濃度から計算される消費量とボトル重量の減少量の間には良い一致が得られ、その誤差は5%以下であった。このことより、NDIRによってCp₂Mgガス濃度が適正に測定されていることが確かめられた。

Table 1 Comparison of Cp₂Mg mass consumption calculated from NDIR measured concentration and measured bottle weight loss for continuous bubblings.

バブリング時間 (h)	(i) 測定濃度から計算される Cp ₂ Mg消費量 (g)	(ii) ボトル重量の減少量 (g)	誤差 (%)
40	0.64	0.61	4.7
80	1.31	1.37	4.6

^a誤差は(ii)に対する(i)と(ii)の差分の割合で定義した。

おわりに

12.8 μmの赤外吸収を利用したNDIRによるCp₂Mgガス濃度のリアルタイム測定について述べた。本測定方法の活用により、MOCVDにおけるCp₂Mg供給量の精密な制御が得られ、MgドープのGaNデバイスの性能と生産性の向上に貢献できるものと期待される。

参考文献

- [1] H. Amano et al., *J. Electrochem. Soc.* **137**, 1639(1990).
- [2] Y. Kimura et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **37**, L1231(1998).
- [3] S. Arulkumaran et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **44(5A)**, 2953(2005).
- [4] G. B. Stringfellow, *Organometallic Vapor-Phase Epitaxy: Theory and Practice*, second ed., *Academic Press*, San Diego, (1999).
- [5] O. Svensk et al., *J. Cryst. Growth* **298**, 811(2007).
- [6] 南雅和, *Readout*, **41**, 53(2013).
- [7] D. Hayashi et al., *J. Cryst. Growth* **453**, 54(2016).
- [8] E. R. Lippincott, J. Xavier, and D. Steele, *J. Am. Chem. Soc.* **83(10)**, 2262(1961).



林 大介
 Daisuke HAYASHI
 株式会社 堀場エステック
 開発本部 開発設計2部 博士(理学)
 Development Design Dept. 2
 HORIBA STEC, Co., Ltd.
 Ph.D.

ミニマルファブ対応膜厚検査装置

Interference Thickness Meter for Minimal Fab

西里 洋

Hiroshi NISHIZATO

飯田 裕

Hiroshi IIDA

松田 賢昭

Takaaki MATSUDA

原 史朗

Shiro HARA

産総研コンソーシアムであるミニマルファブに対応した膜厚検査装置を作成した。光の反射干渉方式を採用し分光反射率測定を行う専用の光学系を設計した。本装置は特にISO Class3の局所クリーン化技術及び計測光源の経時的な光量変化に対して定期的な自動補正を行うなど全自動インライン計測に要求される機能を有している。またSi上の熱酸化膜を計測した場合50~1000 nmの範囲では±2 nm以内の膜厚計測精度を得ることができた。レジスト1層、およびSOI 3層構造を測定した例では、エリプソ膜厚測定装置と1%以内でよい一致を示している。

The Minimal Fab was established by Fab System Research Consortium in AIST as Semiconductor Factory which smallest production unit. This Fab system will achieve small quantity and large variety devices by using half inch wafer. Currently simple CMOS devices can be made by use Minimal process and packaging tools. HORIBA STEC developed Minimal optical thickness tester by use interferometer. This measurement tool is required by CVD, Etch, lithograph work flows. The feature of this optical thickness tester will be described in this report.

はじめに

ミニマルファブは、最少の製造単位を持つ半導体工場を目的として設立された産総研コンソーシアムである。ここでは、12.5 mmのウエハを使用し1チップ単位での加工を行うことにより多品種少量生産を効率よく行えるファブシステムをめざしている。現在、基本的なCMOS(Complementary metal-oxide-semiconductor)プロセスが可能なプロセスとパッケージングの装置が出来ており将来的には研究-開発-生産を見据えたLSI(大規模集積回路)量産ラインの構築を目指している。株式会社堀場エステックは、ミニマルに対応した膜厚検査装置を作成しインラインでの成膜、エッチング、リソグラフィ用レジスト等の膜厚検査工程への導入を目的としている。今回は光干渉を用いた膜厚計を作成したので本稿ではその特徴を紹介する。

ミニマルファブ向け干渉膜厚計の基本構成

ミニマルファブ向け装置は、高さ1440 mm、幅294 mm、奥行き450 mmとそのサイズが固定されておりこの筐体サイズの中に干渉膜厚計を組み込み、さらに半導体デバイスを製造するため異物の無い清浄な空間に保持する必要がある。このために12.5 mmのウエハはミニマルシャトルと呼ばれるケースに収納されプロセス装置もしくは検査装置間

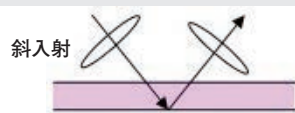


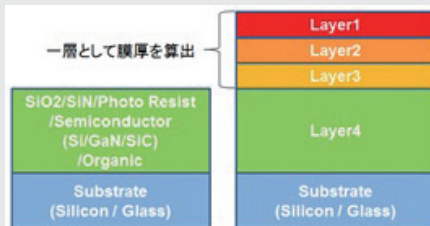


Figure 1 Minimal tool and wafer

を移動し、プラッドと呼ばれる搬送装置を介してミニマル内の清浄な空間に運ばれ処理が行われる。Figure 1にミニマル外観とウエハ及びミニマルシャトルを示す。超小型半導体製造システム『ミニマルファブ』は2014年度グッドデザイン賞を受賞し、グッドデザイン・ベスト100に選定された。

測定原理としては、光の反射干渉を用いた反射干渉膜厚計である(Table 1)。エリプソメトリに比べ光の垂直入射を

Table 1 Comparison of ellipsometry and interference thickness meter

項目	Auto-SE/SmartSE (HORIBA Jobin Yvon)	反射干渉膜厚計
測定原理	エリプソメトリ	反射干渉
膜厚	1 nm~15 μm 膜厚と屈折率の同時測定可能	50 nm~15 μm 膜厚測定のみ屈折率の固定が必要
屈折率	測定可	測定不可 (屈折率はエリプソなどによる測定が必要)
分光波長範囲	450-1000 nm	450-800 nm
スポットサイズ	500×500 μm (ピンホール・入射角度による)	65 μm
観察カメラ	あり	組み込み可能
特徴	<ul style="list-style-type: none"> ・ P,S偏光成分を分離した分光スペクトル測定 ・ 膜による偏光変化 ・ 非破壊, 非接触 ・ 誘電体透明な膜に適用 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 反射率の分光スペクトル測定 ・ 膜の表面と膜境界面から反射される光の干渉 ・ 非接触, 非破壊, 微小エリアの測定が可能 ・ 誘電体, 透明な膜に適用 ・ 膜の屈折率が既知である必要がある 
測定対象例	<ul style="list-style-type: none"> ・ 1 nmの単層膜, 多層膜 ・ 各層の屈折率差が大きい場合, 以下のような多層膜測定が可能(下図はもっとも複雑な膜の例) 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 基本的には上記膜厚範囲の単層膜 ・ 多層膜を一層として評価可能 

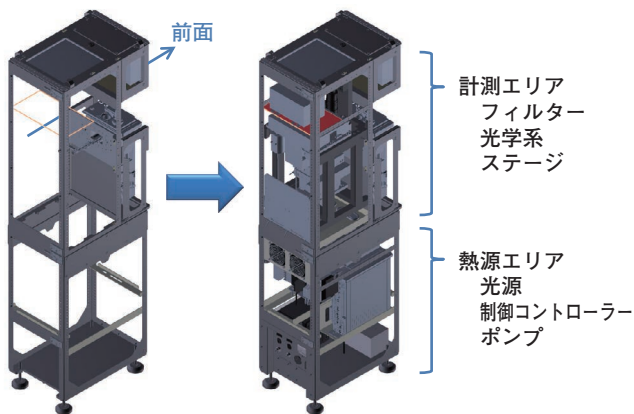


Figure 2 System configuration of minimal optical thickness tester

使用するために光学系をコンパクトに設計・配置する事が可能である。

Figure 2に今回作成したミニマル光干渉膜厚計の構成を示す。干渉膜厚計においてもウエハを清浄度の高い空間に保持し測定・検査する必要がある。このためにミニマル膜厚計としてはウエハを取り扱う清浄な空間とそれ以外の空間とを隔離し独立に気流の流れを作る事とした。筐体は上部計測エリアと下部熱源エリアに分離し、計測エリアの空間には、上部にフィルター、光学系さらにその下方にステージを配している。下部熱源エリアには発塵に影響する多量の熱を出す光源や分光器、制御用のモータードライバー、PC、電源及び排熱の為のファンを設置し上部計測エリアと隔離している。

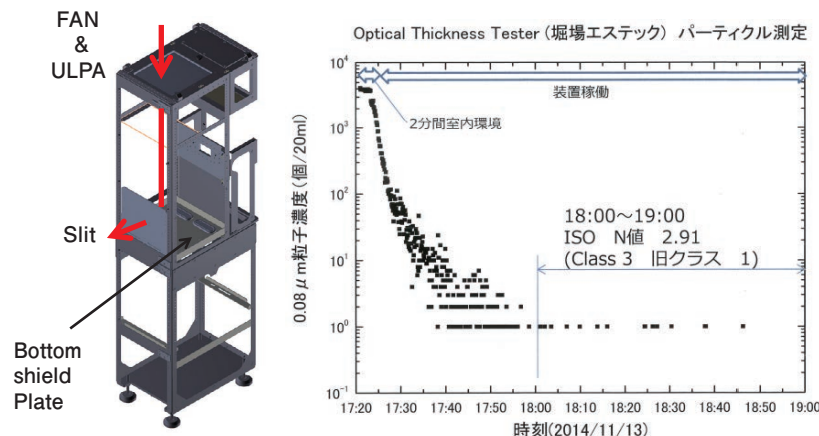


Figure 3 Cleanliness measurement of upper-part internal-space of minimal optical thickness tester

上部計測エリアではULPAフィルタ(Ultra Low Penetration Air Filter)とファンを組み合わせ上面に設置しウエハに対しては空気の流れがダウンフローかつ微陽圧になるように設定している。これらの構成・調整によりISO Class3程度の清浄な空間を作り出すことが出来た。またFanも35 db以下のものを使用し静粛性も確保している。

Figure 3に筐体の空気流れと実際に測定系を組み込み時のパーティクルの推移を示

す。動作開始40分後にISO Class3に達しており装置内の局所クリーン化が出来る事を示している。

光学系とウエハ位置の検出

Figure 4に計測エリアに設置された測定系の構成を示す。

基準面に固定された濃い赤色で表されたAlフレームにウエハ位置検出カメラ、測定光学系、ステージが設置されておりさらにこのフレームがミニマルのPLAD部分にある基準プレートと接続されている。これらが3次的に固定されている為にウエハオリフラ*1、センタ検出から測定までの位置が決定され測定位置の制御が正確に行える構造となっている。測定光学系は、下部エリアに設置された光源及び分光器と光ファイバーを介して接続されておりこれら熱源を下部エリアに置く構造となっている。

*1：オリフラ (Orientation flat)：結晶軸の方向を示すためにウエハ周上につけられた直線の切れ込みのこと。

分光反射率による薄膜の膜厚計測

計測にはハロゲンランプによる白色光を測定試料に照射させ、分光器を用いて試料表面からの分光反射率スペクトルを取得する。試料表面からの反射光と、基板、薄膜の境界面からの反射光は、反射光路上で互いに干渉することから、反射率スペクトル上では周期的に信号量の強弱を示す干渉波形が観察される (Figure 5)。

この干渉波形は、試料上に構成される薄膜の膜厚、物性に基づく光学定数(屈折率、消衰係数)により、理論モデルを構成できるため、計測した反射率スペクトルと対比し、モデルとの誤差量の収束演算を行うことで測定試料の膜厚の

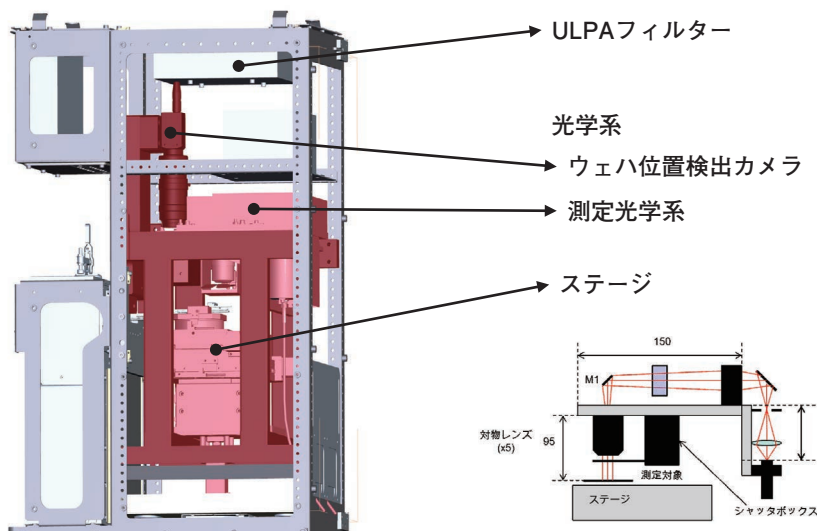


Figure 4 Upper-part internal-space of minimal optical thickness tester

決定を行う。

分光反射率計のシステムのベースに株式会社堀場製作所のRN-100を使用しているが、今回はウエハ上の特定位置の膜厚計測の目的から、本装置のためにCCDカメラによるウエハ表面の観察と、分光反射率測定を同軸同焦点で行う専用の光学系を設計している。計測対象として100 μm のパターン内の膜厚計測を想定し、顕微鏡用の対物レンズを搭載することでおよそ65 μm の測定スポットサイズを実現している (Figure 6)。

RN-100の特徴としては、計測試料との作動距離、傾きなど試料の設置状態による誤差影響が小さいことや、計測光源の経時的な光量変化に対して定期的な自動補正を行うなど、全自動計測に要求される性能と機能を有している。また、分光スペクトルの計測に裏面反射型のCCD検出器を搭載した分光器を使用しており、450-800 nmの波長範囲の分光反射率を高感度で得ることができ、精度の良い計測ができるようになっている。

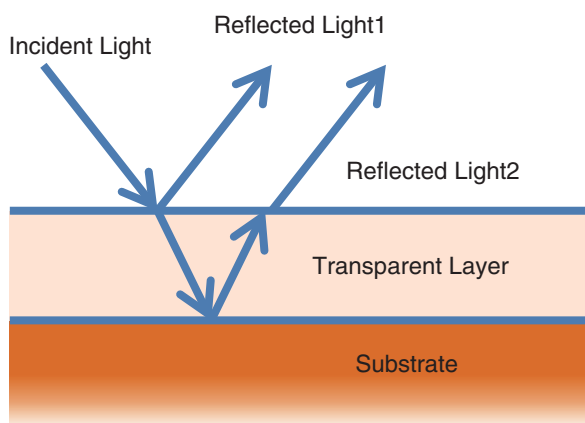


Figure 5 Interference phenomenon

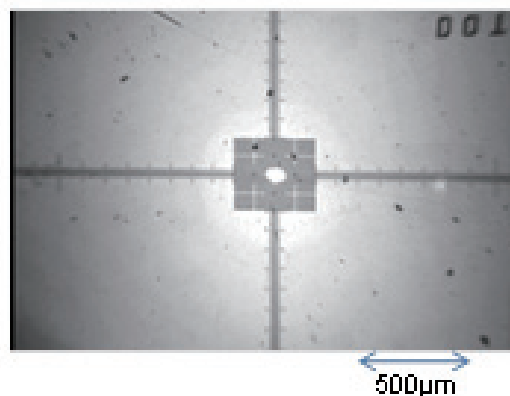
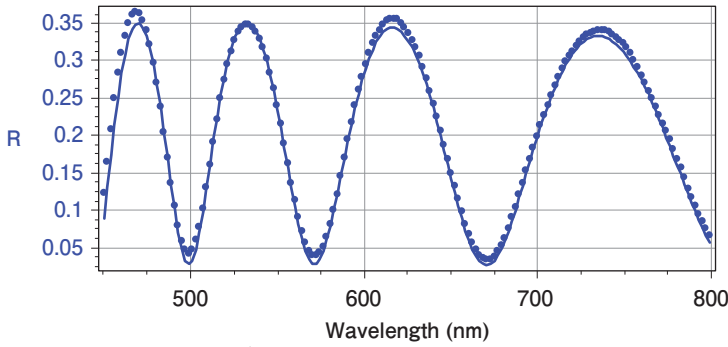


Figure 6 Optical image of measurement spot



01 Resistの測定データ。
点線はレジスト測定データ、実線はフィッティングカーブを示す。



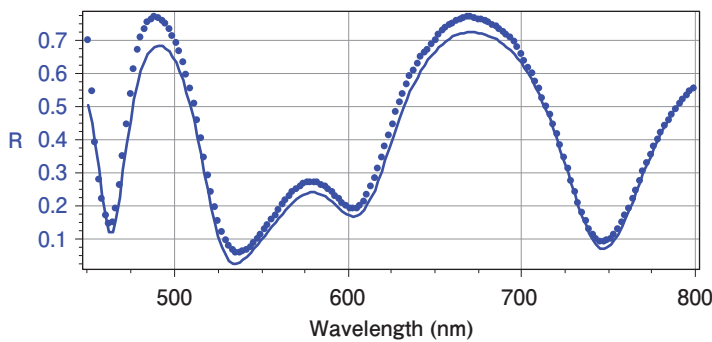
光学モデル
(実際のサンプル構造も同じ)

フォトレジストの測定結果

	ミニマルファブ膜厚計		Auto SE	
	膜厚 [nm]	χ^2	膜厚 [nm]	χ^2
01 Resist	1118.5	0.9854	1114.4	24.3686
02 Resist	1080.7	1.0277	1078.0	23.9734

1フィッティングあたりのMultiguessの回数：20回、フィッティング時間：約2秒(インテルCORE i5搭載PC使用)

Figure 7 Results of photoresist



31 CMOS-SOIの測定データ。
点線はレジスト測定データ、実線はフィッティングカーブを示す。



光学モデル
(実際のサンプル構造も同じ)

CMOS-SOIの測定結果

	ミニマルファブ膜厚計				Auto SE			
	1層目 [nm]	2層目 [nm]	3層目 [nm]	χ^2	1層目 [nm]	2層目 [nm]	3層目 [nm]	χ^2
31 CMOS-SOI	406.2	202.8	467.6	17.8152	407.7	203.8	464.0	37.3712
32 CMOS-SOI	406.2	202.3	0.9	17.2506	406.4	203.4	3.0	15.5085
33 CMOS-SOI	405.7	201.9	0.8	17.5987	405.6	202.8	3.3	15.7069

1フィッティングあたりのMultiguessの回数：343回、フィッティング時間：約37秒(インテルCORE i5搭載PC使用)

Figure 8 Results of CMOS-SOI

計測対象はSi基板上のSiO₂膜、SiN膜などの透明性の高い単層膜や、アモルファスSi膜、Poly Si膜などの単層膜の計測を想定している。また分光スペクトルのモデリング解析を行うことから、SiO₂膜上のアモルファスSi膜など、薄膜の物性が明確に異なる場合には、最上層より連続した2層膜を同時に計測することも可能としている。

Figure 7にフォトレジスト、Figure 8にSOIのAUTO SE(堀場制作所製エリプソ膜厚測定装置)との比較結果を示す。レジスト1層、SOI*²の3層構造(現在ミニマル装置非実装)においても1%以内の一致を示している。

*2：SOI(Silicon on insulator)：CMOS LSIの高速性・低消費電力化を向上させる技術

ソフトウェア構成

構成をFigure 9に示す。製作期間が4か月と短時間で製作したこともあり制御が分散している。測定器としては表示できる結果データの数がPLC(Programmable Logic Controller: シーケンサ)のメモリに依存しこれが最大2950点となっている。データ出力はUSBへの掃き出しを前提に設計している。現在、ミニマル装置群においてデータとそのフォーマットの策定を進めておりこれによりデータの取

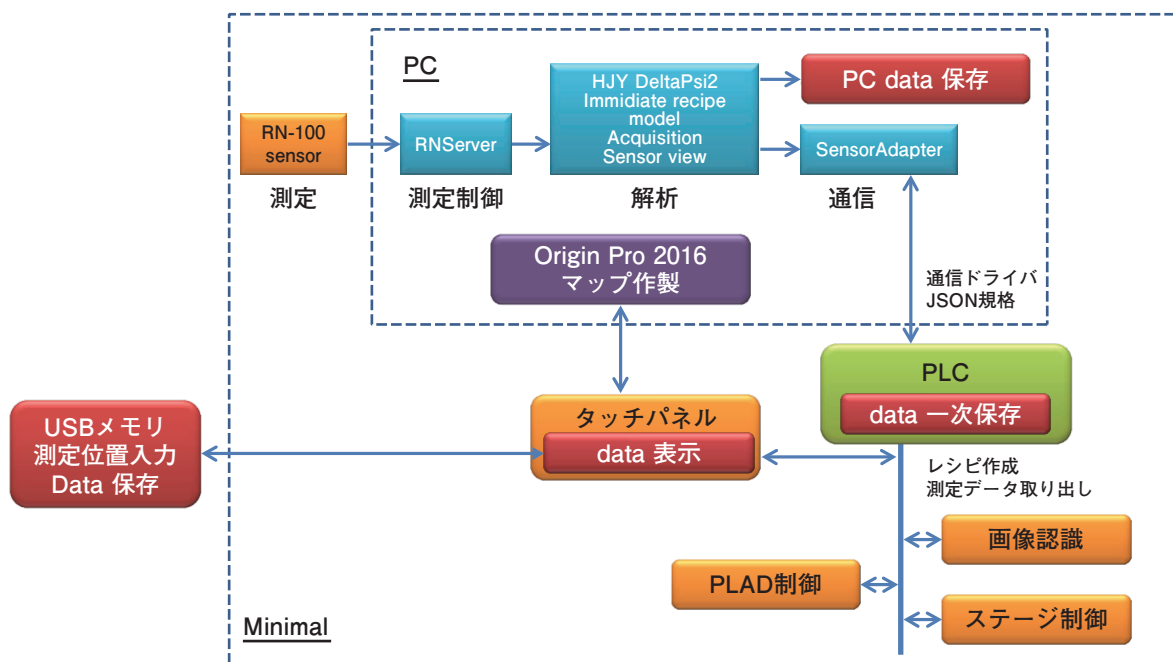
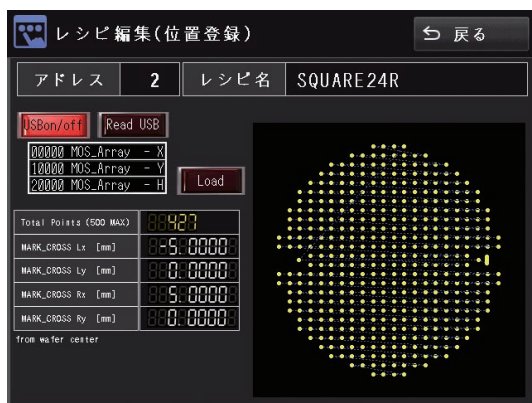
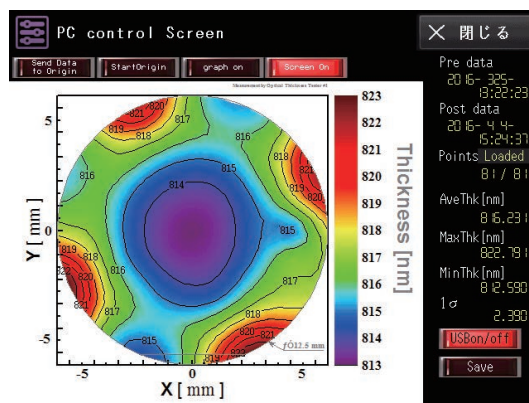


Figure 9 System diagram



測定位置の入力



測定結果の出力

Figure 10 Display images of recipe setting (left) and output results (right)

Table 2 Specification

膜厚計	RN-100M 堀場製作所製
測定原理	反射干渉式
測定対象	透過性のある単相膜
測定範囲	SiO ₂ /Si基板 : 50 nm~40 μm
	SiN/Si基板 : 50 nm~25 μm
	Poly-Si/SiO ₂ : 50 nm~2 μm (Poly-Si : 100 nm~500 nmのSiO ₂ 上)
	a-Si/SiO ₂ : 50 nm~2 μm (a-Si : 100 nm~1000 nmのSiO ₂ 上)
	a-Si/SiN : 50 nm~2 μm (a-Si : 100 nm~800 nmのSiN上)
	SiO ₂ /Poly-Si : 50 nm~1 μm (SiO ₂ : 500 nm以上のPoly-Si上)
	SiN/Poly-Si : 50 nm~1 μm (SiO ₂ : 500 nm以上のPoly-Si上)
測定操作	全自動測定
測定点数	最大500点
測定時間	1点あたり2~3秒(9点測定時, 全行程3分程度)

り扱い方法の共通化と改善をしていくこととなる。ミニマル干渉膜厚計は、膜厚測定系をPC、ステージ制御をPLC、これに画像認識を加えて構成している。測定解析はPCで行い、測定点の制御をPLCで行っている。測定されたデータはPC内へ保存され、膜厚データの結果部分をPLC内で一時保存し表示パネルへ表示している。この為データの保持量がPLCのメモリサイズによって決まってくる。計測と結果表示については、最大500点測定、測定位置の簡易入力、結果の差分表示およびMap画像の出力が可能となっている (Figure 10)。Map画像の生成については、OriginPro2016を使用しそのテンプレートをもとにMapの画像生成を行っている。したがってユーザーはOriginを用いて好みのMap画像を作成することが可能となっている。

ミニマル膜厚計仕様とレシピ

Table 2に代表的な膜種の測定範囲を記載する。膜種毎の

レシピは、膜種、測定位置、ウエハ位置検出のための画像認識ファイルと合わせ測定レシピとして登録される。膜種に対応した計測レシピは、別にAUTO-SE(エリプソメーター)で測定した屈折率のデータをもとに作成される。測定位置は円周上に配置するCircle Type、縦横に配置するSquare Type、CAD上の位置データもしくは任意の位置データをUSB入力する方法があり個別に設定しミニマル測定レシピとして登録される。ウエハ位置検出のための画像認識ファイルは、ウエハのオリフラ・センタ検出時に撮像するための最適な撮像条件を与える。レジストなど特にウエハエッジ部に段差・パターンがあるものは誤検出を防ぐためにリファレンスとなるサンプル画像をもとに作成される。

その他の重要な仕様としては、ミニマル装置として電力が100 V 1000 W以下と規定されている。今回の測定の結果は、稼働時最大2 Aで安定しており200 Wの電力使用量となっていた。ただし35 db以下の騒音規格にたいしては達しておらず、ハロゲン光源、PC、各種制御計測用コントローラ等による電力使用量をさらに抑えミニマルの狭い筐体内での熱の発生を抑える事によりファン回転数を下げ騒音を抑える工夫が今後も必要となる。

おわりに

以上、ミニマル光干渉膜厚計について述べてきた。膜厚計測に関してはデバイス作成上の基本的な確認項目であり重要な検査装置の一つと考えている。ミニマルファブは開発途上であり今後もLSI製造をターゲットして各種プロセス装置それに伴う各種計測装置等の充実を図る事が重要である。株式会社堀場エステックはこれらミニマルプロセス・計測装置群の開発製造に貢献することで多品種少量生産に向けた新しい半導体製造モデルの構築に貢献するものである。



西里 洋

Hiroshi NISHIZATO

株式会社 堀場エステック
開発本部 副本部長
Deputy General Manager
Research & Development Division
HORIBA STEC, Co., Ltd.



飯田 裕

Hiroshi IIDA

株式会社 堀場製作所
先行開発センター
Advanced R&D Center
HORIBA, Ltd.



松田 賢昭

Takaaki MATSUDA

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計3部
Development Design Dept.3
Research & Development Division
HORIBA STEC, Co., Ltd.



原 史朗

Shiro HARA

独立研究開発法人 産業技術総合研究所
ナノエレクトロニクス研究部門 ミニマルシステムグループ長
ファブシステム研究会 代表 博士 (工学)
Nanoelectronics Research Institute
Advanced Industrial Science and Technology (AIST)
Ph.D.

塩素系ドライエッチングプロセスへの 残留ガス分析計（RGA）適用の効果

A Residual Gas Analyzer for Dry Etching Process

松濱 誠

Makoto MATSUHAMA

半導体デバイス作製工程におけるドライプロセスではチャンバコンディションが工程管理上重要な要素である。今回、エッチングチャンバ管理を目的に、自社製品の残留ガス成分分析装置を用いた新規アプリケーションの検討を実施した。一般的にはセンサの寿命などの懸念から使用が避けられていたハロゲン系ガスを用いるドライエッチング装置に残留ガス分析装置を搭載し評価を行った。その結果、エッチング前のチャンバ内の残留ガス成分を事前に確認する事で、プロセス前のクリーニング処理工程を省略する事ができた。工程を簡略化する事で化学物質削減および省エネルギーの効果を得られた。

Concerning the dry process of the semiconductor device manufacturing, the monitoring of etching chamber conditions (pressure, temperature, gas concentration, ...) is crucial. This time, as a study of a new application, we examined the etching chamber management by using the residual gas analyzer. Generally using a residual gas analyzer in a dry etching apparatus which uses halogen-containing gas has been being avoided because of concerns such as sensors life. By confirming the residual gas component in the chamber before etching, it was possible to illuminate the cleaning process.

はじめに

2015年に設立したHORIBA最先端技術センターでは半導体事業関連のクリーンルームの集約を行ない、HORIBAグループの技術力を融合させコア技術となるキーコンポーネントの内作化や、独自アプリケーションの開発をより推進することを目指している。

本報告では弊社内に複数種あるドライエッチング装置の中で、塩素系ガスを用いるドライエッチング装置(型式：RIE-400iP サムコ株式会社製)を対象として、堀場エステック製残留ガス分析QL-MS01Series (以下RGA：Residual Gas Analyzer)を搭載し評価を行なった検討結果について以下に紹介する。

本検討の目的

半導体デバイス作製工程におけるドライプロセスでは、エッチング反応室の状態管理が工程管理上重要な要素となる。これまで弊社ではハロゲン系ガスを用いるプロセスにはセンサの寿命などの懸念から差動排気を併用することを推奨し、反応室に直接RGAを取付けることが避けられてい

た。今回装置メーカーの協力を得てハロゲン系ガスを用いるドライエッチング装置に直接RGAを搭載し評価を実施した。

RGAを用いて反応室の状態を定量的に管理することで、これまでの経験則にもとづく装置の運用方法を最適化することを目的として装置オーバーホール後の立上げ時間の短縮や反応室コンディショニング作業の省力化、エッチング工程の品質向上を検討した。

評価は次の順に行なった。まず、反応室オーバーホール(反応室内の部材洗浄)後の真空引き中の残留ガス成分の経過観察、反応室コンディショニング処理とエッチング加工形状に与える影響の検証、反応室中の残留水分量がエッチング加工形状に与える影響の検証を実施した。

使用機器について

RGAをドライエッチング装置に取り付けた状態をFigure 1に示す。RGAは装置側面のポートに改造無しで直接取付け、ダイレクトにモニタリングする方法をとった。今回の取付けに際し、反応室の外壁が70℃に温度調節されており、

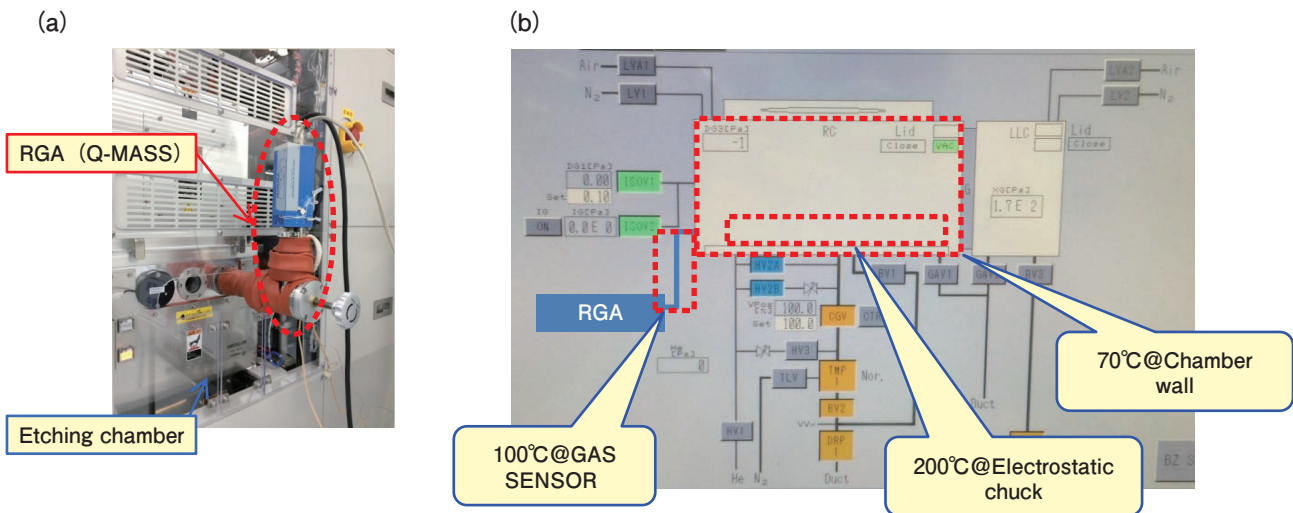


Figure 1 (a)RGA set up (b)The heating temperature in the system

RGAのセンサ周辺へのガスの吸着を防止するためにセンサ周辺をヒータで100℃に加熱した。センサと反応室の間には手動の仕切りバルブを挟み、プロセス中は反応室雰囲気と遮断しセンサを保護した。

RGAは、真空反応室を用いたプラズマ処理やエージング処理、機能性膜の薄膜形成・加工工程でのガスプロセス管理に利用されている^[1]。装置サイズは他社比20分の1の大きさで、センサ部はわずか5 cmという世界最小クラスのコンパクトさを実現し、センサは校正フリーでユーザーによるセンサ交換が可能で、低真空の測定が可能となる。今回は、ハロゲンガス向けのセンサを使用した。

ドライエッチング装置は、小型の研究開発向けの各種半導体膜や絶縁膜の高精度、高均一加工を目的とした最大4インチウエハー用のロードロック式の装置を用いた。低圧で高密度プラズマを発生ことのできるICPソースを搭載した仕様で、Cl₂、SiCl₄、Ar、をプロセスガスと使用するInPおよびⅢ/V族の化合物半導体デバイス向け仕様となる。

本検討前の装置運用方法

本検討前のドライエッチング装置運用フローをTable 1に

示す。エッチング反応室のオーバーホールの前処理として行なう反応室の大気開放前の酸素プラズマクリーニングで、残留塩素成分を最小化する。反応室大気開放の後、反応室部材を取外し、純水で洗浄し、エタノールで拭き、乾燥後、組立てて、真空引きを行なう。

今回評価に使用した装置は、検討直前に導入した新規装置のため、装置管理が最適化されていなかった。そのため、エッチング工程における工程不良を発生させないことを最優先として目標の真空度の値を低めに設定していた。装置メーカーからは、 5×10^{-4} Pa程度までの到達真空度がバックグラウンドレベルとしては良好と推奨されていたが、我々は残留水分による工程不良を懸念し、さらに、 2×10^{-4} Paを初期の管理値として運用をはじめた。24~48時間の真空引きで真空度 5×10^{-4} Paまで到達するが、 2×10^{-4} Paまで到達するには約80時間を必要としていた。

RGA適用効果の検証

装置保守およびプロセス管理条件の検証結果を以下に述べる。

反応室オーバーホール後の真空引き中の反応室状態の経過

Table 1 Work procedure of the chamber overhaul and start-up

	Phase	Reactor	Operation	Period (hr)	Issue
1	Overhaul	VAC	Pre-treatment of the chamber pressure release (oxygen plasma cleaning)	2	
2	Overhaul	ATM	Chamber overhaul (parts cleaning)	2	Expose Cl ₂
3	Overhaul	ATM	Vacuum start ATM --> 2E-4 (Pa)	80	Long recovery time
4	Pre Etching Process	VAC	Post-Maintenance of the chamber (O ₂ ・Cl/Ar plasma cleaning)	4	Condition management
5	Etching Process	VAC	・ Ref wafer ・ Product wafer		・ Quality control ・ Process stability

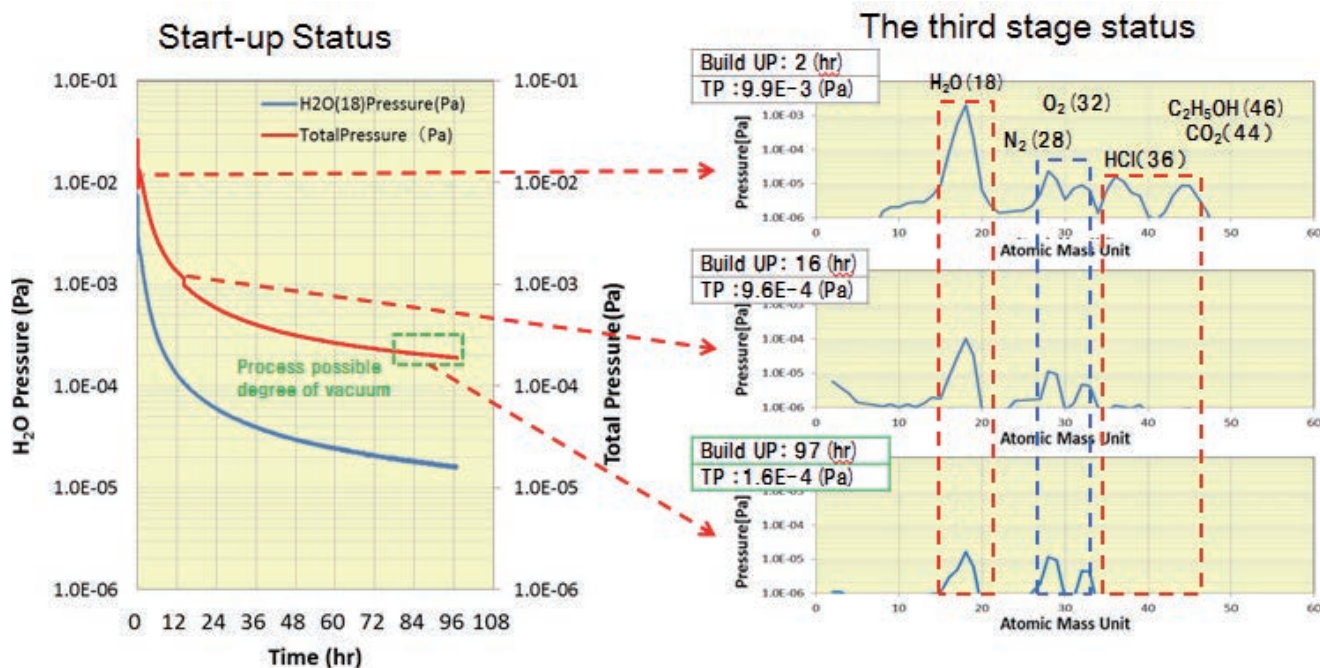


Figure 2 Pump down monitoring

観察を実施した。RGAの動作が可能な真空度 0.1 Pa から測定を開始し、プロセス開始可能な $2 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ までの96時間の経過と真空立上げ中の経過で一桁程度真空度が異なる三つの過程の真空度における残留ガスのスペクトル(縦軸は圧力、横軸は質量数)をFigure 2に示す。反応室真空度 $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ までは12時間程度で到達し、その後 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ までは80時間の真空引きが必要であることを確認した。

真空引き開始時は、水分、大気、部材洗浄液残渣のピークが確認できる。ここで窒素、酸素のレベル(Figure 2青破線部)は真空引き初期から変化していないため、この装置のバックグラウンドとしてのリークレベルであると考えられる。Table 1に示す作業1オーバーホール(大気開放直前に酸素プラズマクリーニング処理)で除去したHClが確認されるが、反応室部材および反応室内壁の水洗いにより、残留していた塩化物と反応し発生したものと思われる、反応室内壁に吸着した CO_2 やエタノールと同様に、真空引きが進むことで減少していくことが確認できる。このように、RGAで真空引き中の反応室状態を確認することによって、真空引き後すぐの時点で主成分が大気か水かでリークかどうかを判断でき、リークトラブルを防ぐ効果が期待できる。

次に反応室コンディショニング処理(酸素-塩素プラズマクリーニング)有無の条件における反応室状態と、それぞれの状態で実施したエッチング結果を比較した(Figure 3)。

反応室オーバーホール後のコンディショニングではまず、酸素プラズマクリーニングで有機物と水分を除去する。次に、塩素プラズマクリーニングで残留酸素を除去する。塩素プラズマクリーニングでは、あらかじめ反応室内壁へ塩

素成分がコーティングされることで、エッチングプロセス中にエッチングガスが内壁へ吸着する量を安定させておくことにより、安定してエッチング処理に供給される状態を作る必要があると当初想定していた。クリーニングを実施しないと、エッチング面の荒れ、形状・レートおよびマスク材との選択比に悪影響を及ぼすと考えていたが、どちらのサンプルも良好なエッチング形状が得られた。この結果により今回の検討に用いたエッチング条件では、プラズマクリーニングによるコンディショニングは不要であることが確認できた。

次に、エッチングプロセスと残留水分の影響を確認するために、到達真空度が1桁異なる二つの条件で残留水分分圧とエッチングの結果を比較した(Figure 4)。先の結果を踏まえ、反応室オーバーホール後の反応室クリーニングは未実施の状態、真空引き開始後2時間後(真空度 $1.2 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 、水分分圧 $4.5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$)と、真空引き開始後84時間後(真空度 $1.2 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 、水分分圧 $5.2 \times 10^{-5} \text{ Pa}$)の状態、エッチング処理を行なった。その結果、両サンプルのエッチング形状は良好な状態が得られた。以上の結果からプロセス可能な到達真空度は従来想定していた真空度($2 \times 10^{-4} \text{ Pa}$)より低真空側($1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$)で処理しても、エッチング形状(結晶表面の平坦性、テーパー形状)と特性(マスク材の選択比)に影響がないことを確認した。

この検討で良好なエッチング結果が得られた要因について考察する。当初、塩素系ガスを用いてIn系の材料をエッチングする場合には、残留水分によりエッチングサンプル表面にマイクロマスクが形成されプロセスに悪影響を及ぼすことを懸念していた。例えば、芝状に表面が荒れる状態や、

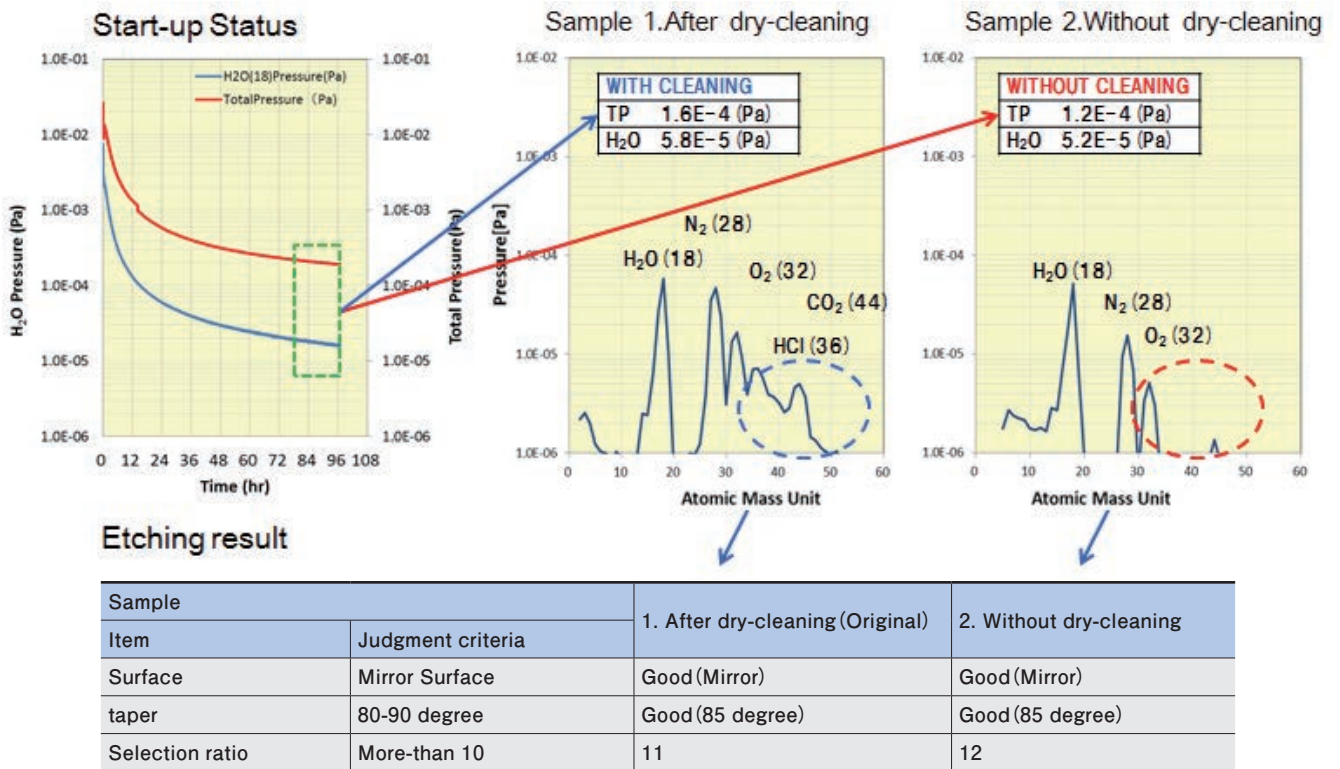


Figure 3 Chamber conditions before etching with/without dry cleaning sample

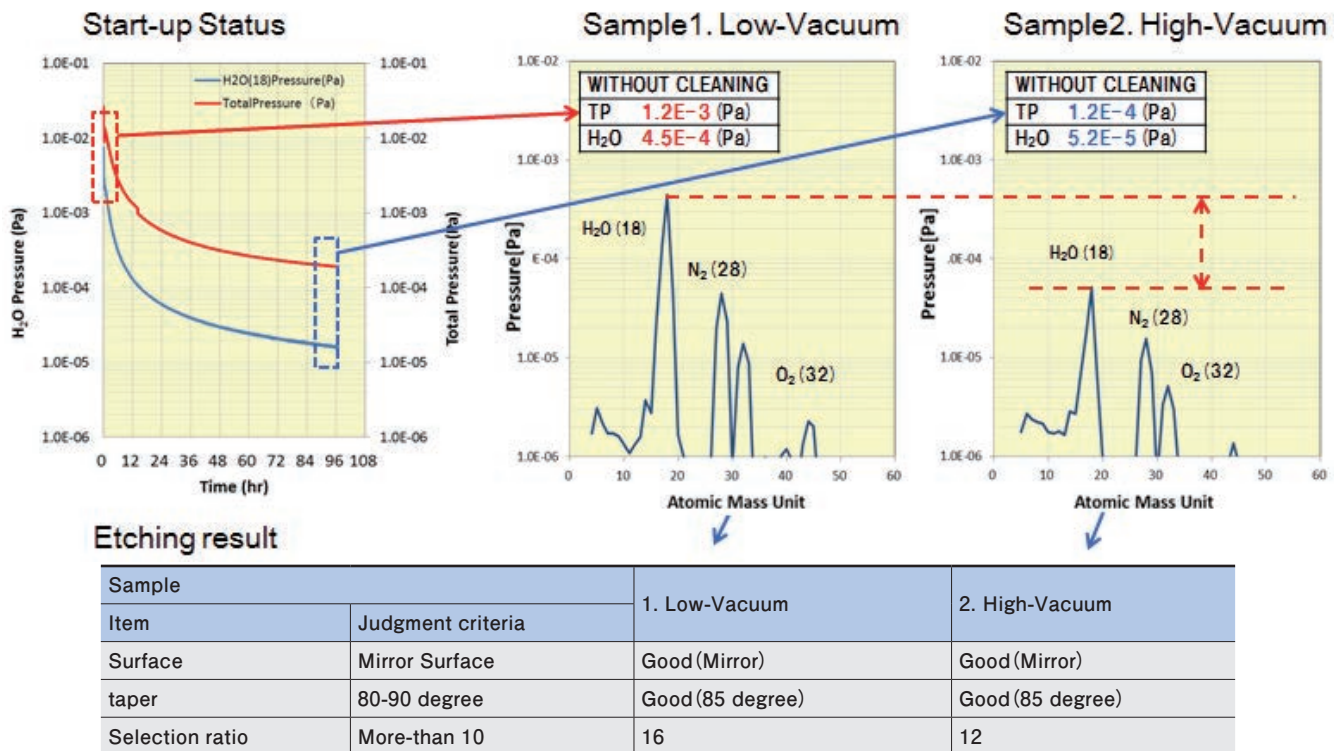


Figure 4 Chamber conditions before etching under Low/High degree vacuum state

側面保護の状態が変化し、垂直性やエッチングレートが変化することである^[2]。今回の結果ではその事象は発生しないことを示している。これは、エッチング時のサンプル温度が200℃と水分がサンプル上に残らないことと、エッチングガスにSiCl₄とArを用いて表面酸化物を除去する効果によるものだと考えられる。

以上の結果から、Table 1で示した当初装置管理条件は、今回検討に用いたプロセス条件において過剰な管理であり、到達真空度の管理値を一桁緩和可能で、酸素、塩素による長時間のプラズマクリーニングは実施不要であることを確認した。

以上の検討により、反応室オーバーホールから使用可能となる時間が、当初の84時間から2時間まで、98%短縮することが可能になった。例えば午前中に大気開放しても午後には使用可能となる。反応室トラブル時の復旧期間の短縮も可能なので、不具合発生時の反応室内確認が容易となった。このようにRGAを用いて定量的に装置管理ができることで運用効率が上げられる事を確認した。

おわりに

RGAをドライエッチングプロセスに適用する事により、装置管理の定量化とエッチングメカニズムの検討の効果を確認した。反応室内の残留ガス状態を把握することで異常を早期に検知して、エッチング工程の不良を未然に防ぐことができることもわかった。このように、今回の検討でRGAが塩素系ドライエッチング装置の管理条件の最適化に有効であることが確認できた。

謝辞

最後に、サムコ株式会社 生産技術部 中野博彦様、同 寺井弘和様、開発部 坂野洋平様には本検討において、エッチングプロセスやドライエッチング装置管理面に有益な御議論、御提案をいただき感謝申し上げます。

参考文献

- [1] 池田亨, “超小型残留ガス分析計Pressure Master RGAシリーズ”, *Readout*, 28, 12(2004)
- [2] 徳山巍 著, “半導体ドライエッチング技術”, 産業図書(1992)



松濱 誠

Makoto MATSUHAMA

株式会社 堀場製作所
先行開発センター
Advanced R&D Center
HORIBA, Ltd.

吸収分光法を用いた工業プロセス用多成分薬液濃度モニタとその応用事例

Industrial In-line and Multi Component Monitor Using Absorption Spectroscopy and Its Application

中井 陽子

Yoko NAKAI

紫外(UV)／近赤外(NIR)の吸収分光法を使用した薬液濃度モニタCSシリーズは、In-line、Real-timeで測定可能な特長を生かし、半導体製造ラインのウェットプロセスにおいてプロセス管理に広く用いられている。測定対象は半導体洗浄で一般的なアンモニア-過酸化水素の混合液などから、エッチングの副生成物や液中金属イオンも含めて5成分以上の多成分系、個体粒子を含むCMPスラリーなど幅広い。本稿ではその具体的応用事例について紹介する。

Chemical concentration monitor, HORIBA CS series, is widely used in semiconductor wet process. Its measurement principle, Ultra Violet (UV) and Near Infrared (NIR) absorption spectroscopy, enables in-line and real-time monitoring for multiple component chemistry. Measuring various kinds of samples is achieved, such as Fe ion concentration in HCl, more than 5 component chemistry including by-product from etching, to H₂O₂ in CMP slurry. In this paper, measurement results for those samples are introduced.

はじめに

HORIBAグループでは電気化学技術、光学技術、X線技術等様々な基礎技術を応用した分析、計測ソリューションを提供している。その中でも光学技術を活かした分野として、紫外(UV)／近赤外(NIR)の吸収分光を使用した、薬液濃度モニタCSシリーズはIn-line、Real-timeで測定可能な特色を生かし、半導体製造におけるウェットプロセスにおいて長年ご愛用いただいている。本稿ではその応用事例について紹介する。

薬液濃度モニタCSシリーズの測定原理と構造

吸収分光法は薬液濃度を非破壊、非接触、リアルタイムで測定するのに適した手法である。サンプルセル中の試料に照射した光は試料によって吸収され、その吸収される波長や吸収レベルは物質や濃度によって異なる。ある波長での吸光度 $A(\lambda)$ は、Equation 1のようにあらわされる。

$$A(\lambda) = \log_{10}[I_0(\lambda)/I(\lambda)] \quad \text{..... (1)}$$

$I_0(\lambda)$: 入射光強度

$I(\lambda)$: 透過光強度

λ : 波長

また吸光度とサンプル濃度はLambert-Beerの法則によっ

て以下の通りあらわされる。

$$A(\lambda) = a(\lambda)LC \quad \text{..... (2)}$$

$a(\lambda)$: 吸光係数

L : サンプルセル長

C : サンプル濃度

CSシリーズではこのLambert-Beerの法則を基本原理としており、各波長での光強度を測定することで吸光度を算出、あらかじめ設定された吸光係数およびセル長に基づいて薬液濃度を算出している。なお、実際の測定系では入射光を直接測定するのが難しいため、入射光 I_0 の代わりに実際にはリファレンス光強度 I_r を測定している。

測定波長についてはUV領域とNIR領域に限定して測定を行っている。NIR領域ではO-H結合やN-H結合などの吸収領域があり、特に薬液のベースとなるH₂Oの吸収がある。またUV領域では半導体洗浄プロセスにて一般的に使われるH₂O₂や硝酸の吸収領域がある。この特徴を活かすためUVとNIRを同時に分光、検出可能な独自設計のツェルニーター型分光器を搭載しており、マルチチャンネルディテクタにおいて複数波長点での光量を同時に測定している。これにより、移動平均処理などを含めても測定間隔約0.5 - 3秒という高速応答を実現している。また分光部に駆動部がないため、再現よく測定できることも特色である。

高い信頼性と再現性が要求される工業用途ならではの設計となっている^[1]。

さらに、測定セル部は高純度の石英もしくは高純度サファイア、その他の接液材はPFA（テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体）、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）と、高クリーン度が求められる半導体プロセスに適した接液材を使用している。

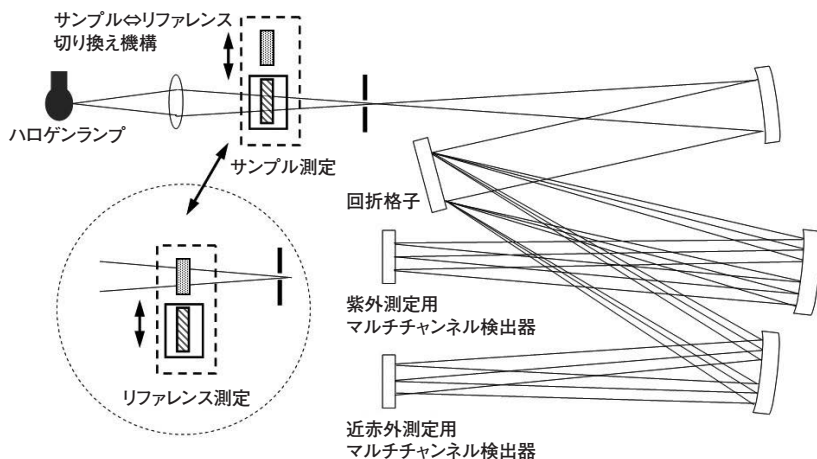


Figure 1 Structure of CS-100 series

薬液濃度モニタCSシリーズのラインナップ

CSシリーズでは①測定セル内蔵型と②測定セル分離型、の大きく二つのラインナップに分けることができる。

①測定セル内蔵型

このタイプとしては基本モデルであるCS-100シリーズ、さらにその上位機種種のCS-700シリーズをラインナップしている。CS-700シリーズは2016年に上市された新製品である。こちらはCS-100シリーズでの経験を活かし、ハード面、演算面等多岐にわたる改良が加えられているが、最も重要な点としては光学系ではUV、NIRともに従来よりもチャンネル数の多い検出器を用いることで、測定波長範囲と波長分解能が向上し、スペクトル分離性能が向上している点である。

②測定セル分離型(光ファイバ型)

これは測定セル部と、電気系や光学系が搭載された本体部を分離し、両者を光ファイバで接続したものである。CS-100F1シリーズでは、リファレンス光測定を本体内部で行うことで本体とセル間の分離を実現しており、主に腐食性の薬液や高温大流量の薬液の測定に用いられている。2014年に上市されたCS-600Fシリーズでは測定セルユニット内でミラーをエア駆動シリンダで移動させることにより、サ

ンプル光／リファレンス光の双方を測定することができる。これにより従来のCS-100F1シリーズで必要であったバックグラウンド補正頻度を従来の6時間毎から約1ヶ月以上と大幅な低減を実現した。

検量線の作成





CSシリーズでは、特定の薬液種およびその各成分の濃度範囲に対して、吸光度スペクトルから濃度へ換算する個別の換算係数を持っており、これを「検量線」と呼んでいる。この検量線を仕様に応じて個々のモニタにインストールし、実際の液にて各種調整・検査を行った上でモニタを出荷している。

検量線作成の方法としては、対象となる薬液に対して各濃度範囲でマトリックス状に濃度既知のサンプルを調整し、そのスペクトルを取得する。この濃度情報と吸光度スペクトルより多変量解析を用いて、検量線を作成している。

測定事例

CS-100シリーズの測定対象の代表的な例としては、半導体

Table 1 CS series line up (CS-100, CS-700, CS-100F1, CS-600F)

	測定セル内蔵型		測定セル分離型	
	CS-100シリーズ	CS-700シリーズ	CS-100F1シリーズ	CS-600Fシリーズ
外観				
特徴	基本シリーズ	多波長、高分解能	基本シリーズ	安定性向上
対象温度	20-30℃ (冷却器取付け可)	20-30℃	20-30℃	20-80℃

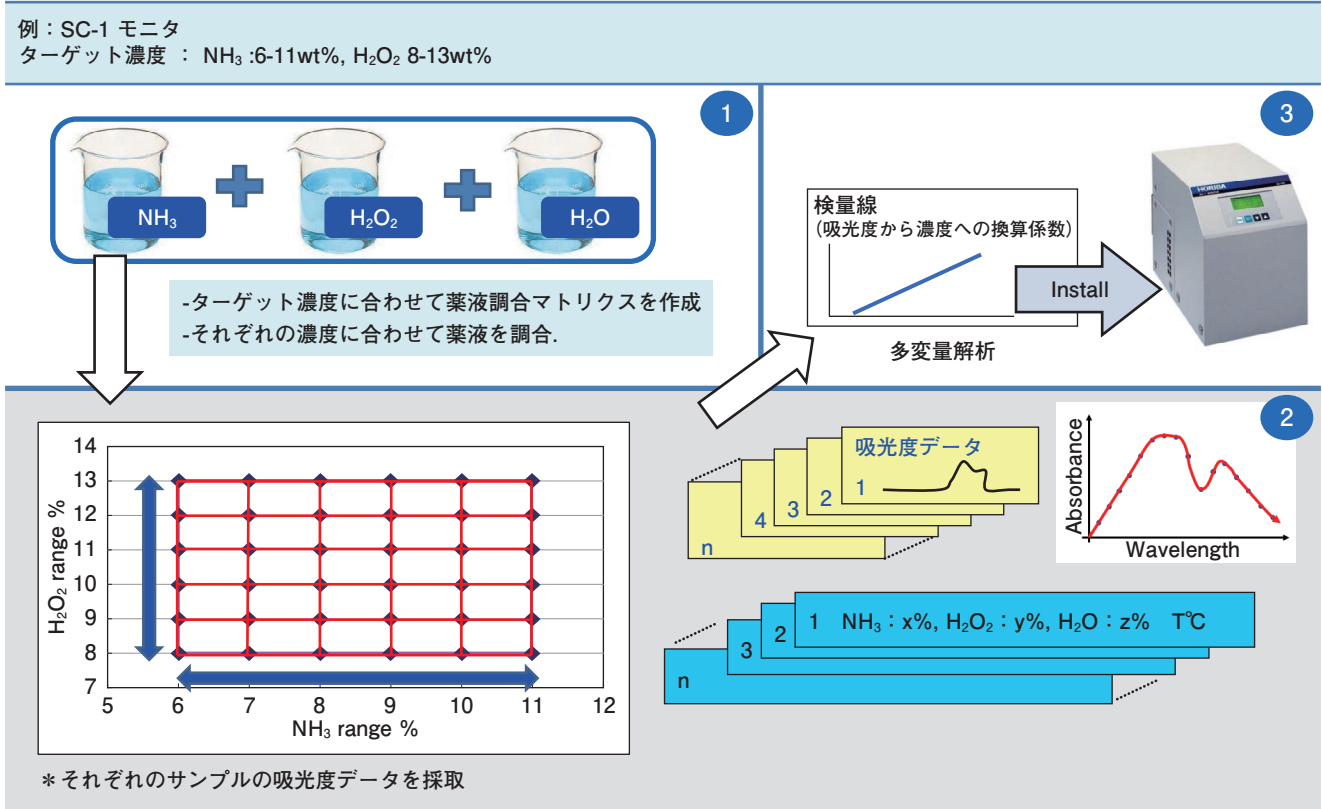


Figure 2 Schematic flow of making calibration curve

洗浄プロセスに使用される、NH₃/H₂O₂/H₂OやHCl/H₂O₂/H₂Oなどといった、主に2-3成分からなる薬液測定が挙げられる。近年ではこれだけにとどまらず、副生成物が生成する場合や有機系物質を含む場合、金属イオンが共存する場合など、半導体の他、めっき、リチウムイオンバッテリーなど様々な分野の製造工程で使用される薬液の測定を行っている。以下ではその一部について紹介する。

薬液中の金属イオン濃度測定

ここでは塩酸に鉄を溶かした場合の鉄イオン濃度測定事例を挙げる。鉄が塩酸に溶けた場合、大部分は2価となるが、空气中で酸化されることで一部3価となる^[2]。この塩酸中のFe²⁺とFe³⁺の分離測定を試みた。測定濃度レンジとして以

下を設定した。

- HCl : 5 - 10 mass%
- Fe²⁺ : 5 - 10 mass%
- Fe³⁺ : 0.05 - 0.2 mass%

これらの成分を測定するために、検量線作成時にあらかじめ鉄イオンの塩化物を成分の一つとして組み込んだ。すなわち、Fe²⁺として、FeCl₂・4H₂O粉末を、Fe³⁺としてFeCl₃水溶液を、各イオン濃度が所定の濃度となるようHClおよび水と混合、調整した。

鉄イオンが溶け込むと、溶液はFe²⁺では黄緑色に、Fe³⁺では黄色がかった茶色に着色して見えることから、補色関係にある青色付近の可視領域に吸収があることがわかる。空気をリファレンスとしたFe²⁺およびFe³⁺の吸収スペクトルをFigure 3に示す。

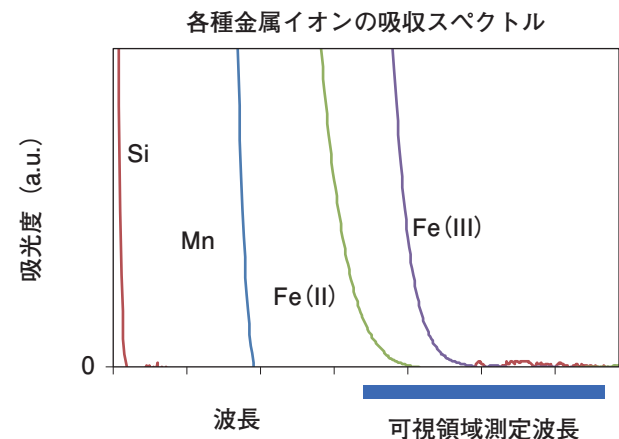


Figure 3 Absorbance spectra of metal ions

Fe²⁺とFe³⁺の吸収領域を同時に測定するため、可視領域が測定できるよう光学系を調整し、上記の試料の測定を行い、検量線を作成した。その自己検量データをFigure 4に示す。HCl, Fe²⁺, Fe³⁺いずれの成分も変動するよう調整したサンプルではあるが、それぞれの成分が分離し測定できている

CS-700シリーズを用いた多成分系測定

ここでは3成分以上の混酸に、さらに副生成物が発生する場合について紹介する。一例としてSiウエハーのエッチングで一般的に使われるHF, HNO₃, 酸 X, という3種の酸か

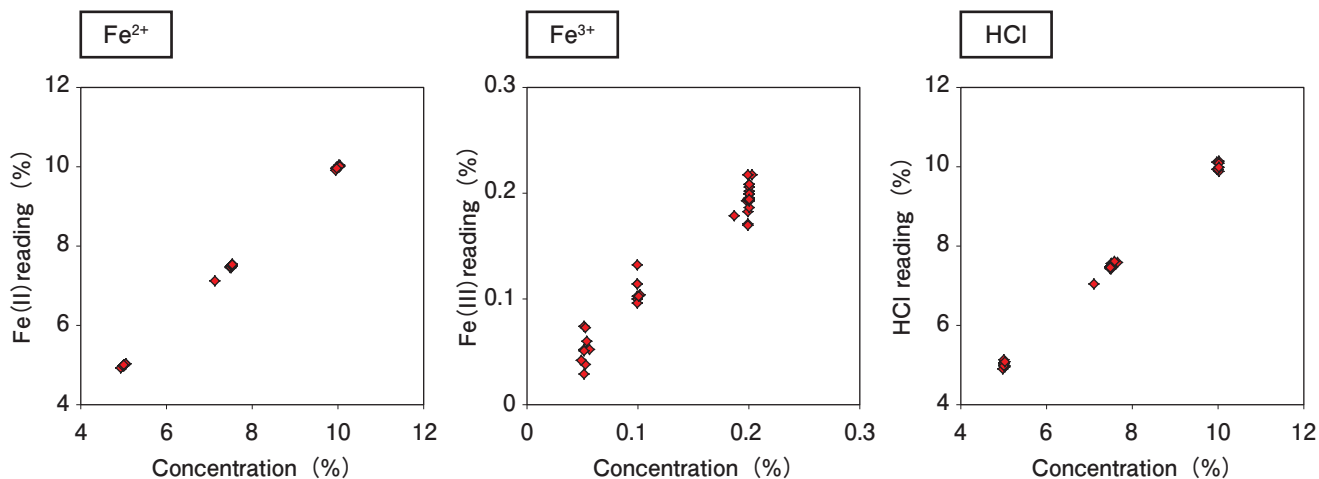


Figure 4 Measurement results of HCl, Fe²⁺ and Fe³⁺, using monitor installing spectrometer for VIS region

らなる液にエッチングによってSiが溶け込む場合のモニタリングを挙げる^[3]。一般的にエッチングが進行するにつれ、酸濃度が低下し、Siが反応してできる副生成物が生成する。副生成物濃度が高い場合、吸収スペクトルに影響を与え、各酸の濃度測定結果の誤差要因となる。そこで、検量線作成時に、3種の酸と水にさらに、エッチングによる副生成物H₂SiF₆を成分の一つとして加え、5成分系として試料を調整し検量線を作成した。Figure 5に多波長高分解能のCS-

700を用いた測定結果を示す。いずれの成分もH₂SiF₆の影響を受けずに良好な測定結果を示し、さらにH₂SiF₆の濃度も測定できる。

半導体CMP用スラリー測定事例

半導体製造においてはウエハー表面を化学的・機械的作用を使って研磨するCMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが行われる。Cuなどの金属層を研磨する工程では

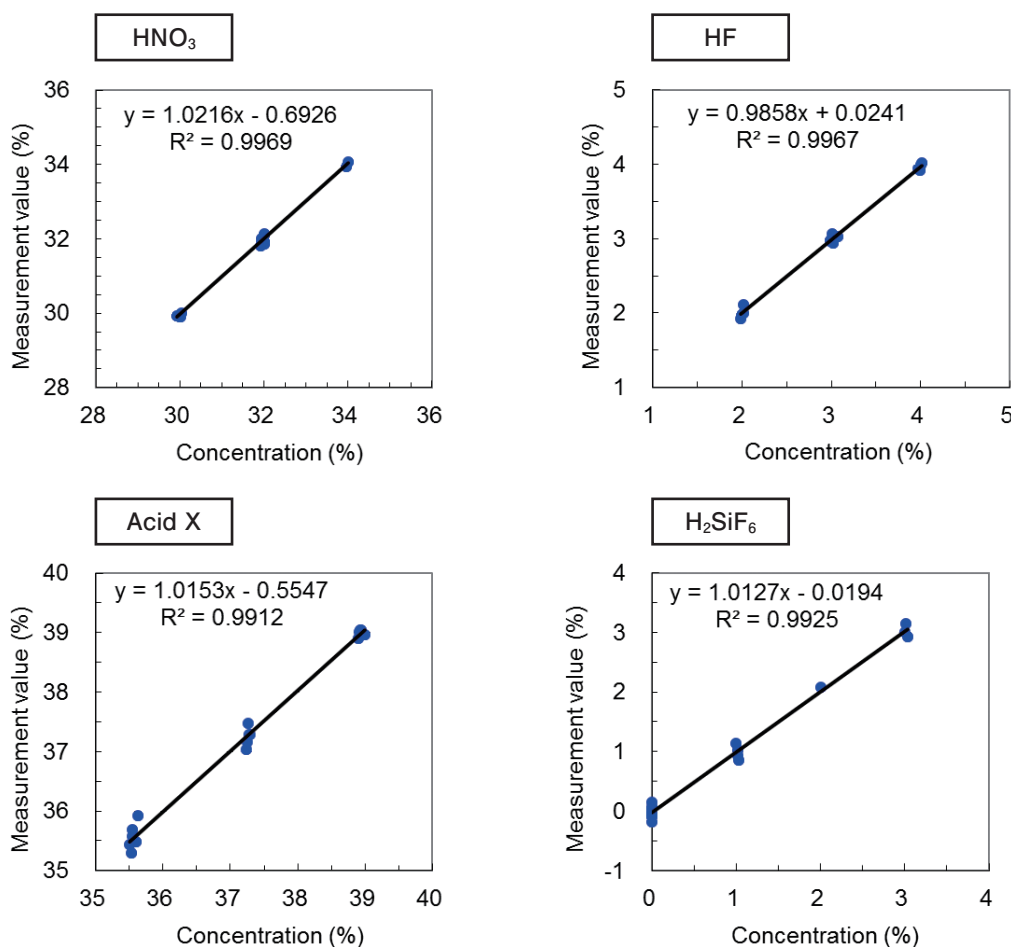


Figure 5 CS-700 measurement results of 5 components acid

研磨剤(スラリー)に過酸化水素を添加し、金属の酸化により研磨効率を上げることがある。この際過酸化水素の濃度のコントロールが重要なポイントである。一般的にCMPスラリー中の砥粒は粒径が百～数百nmレベルのものが多いが、波長が短いUV領域では光が粒子により散乱され、吸収分光法を用いる場合には測定に適さない。一方でNIR領域では粒子サイズに比べて波長が長い散乱影響を受けずに光が透過し、比較的測定に適している。H₂O₂はUV領域ほどでないながらもNIR領域にも吸収を持つ特徴を活かし、NIR領域のみを用いてCMPスラリー中のH₂O₂濃度測定を試みた。CMPスラリーには水を溶媒としてシリカやセリアなどの砥粒の他、pH調整剤や防錆剤等の様々な成分が含まれているが、スラリー全体を1成分とし、さらにH₂O₂および水の3成分系としてH₂O₂濃度を測定する検量線を作成した^[4]。Figure 6に示す通り、良好な線形性を示し、粒子を含む液体でも粒子のサイズや濃度が適していれば測定可能であることがわかる。

まとめ

本稿では主に半導体製造プロセスで用いられる洗浄液・エッチング液の測定に用いられる、吸収分光を用いた濃度モニタについて紹介を行った。測定対象は、酸とそこに溶解している金属イオン濃度測定や、副生成物を含む混酸の濃度測定、粒子を含むスラリー液中の過酸化水素濃度測定など、ここに紹介していないものも含め多岐にわたる。さらにはサンプル条件やお客様の製造装置のインテグレーションに合わせて、波長域や、サンプリング系の形態など様々なバリエーションをラインナップしている。今後も半導体のみならず様々な産業分野において吸光分析をはじめ、弊社の持つ技術を活用し、In-lineモニタリングを通して製造プロセスでの問題解決、品質・生産効率向上に貢献していきたいと考えている。

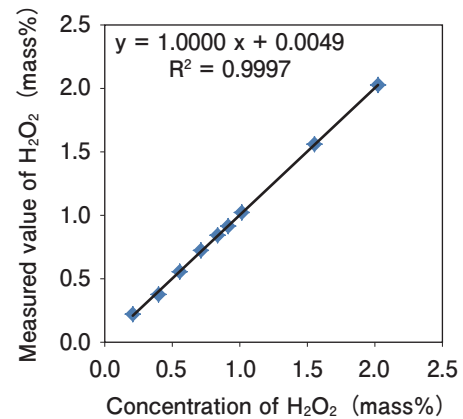


Figure 6 Measurement result of H₂O₂ in CMP slurry

参考文献

- [1] 横山一成, “ウェットプロセスにおける薬液濃度モニタ”, 計測技術36巻13号, 日本工業出版(2008), pp.22-23
- [2] Bruce H. Mahan著, 塩見賢吾 他共訳: “大学の化学[II]”, 廣川書店,(1998), pp746
- [3] 大見忠弘 編著: “ウェットサイエンスが拓くプロダクトイノベーション”, Sipec(2001)
- [4] Yoko Nakai, “Hydrogen Peroxide Concentration Monitoring for CMP slurry”, International Conference on Planarization/CMP Technology (2014), pp.227-228



中井 陽子

Yoko NAKAI

株式会社 堀場製作所
液体計測開発部
Liquid & Water Quality R&D Dept.
HORIBA, Ltd.

カーボン電極を用いた電気伝導率計と濃度計への応用 実用的な濃度計とするための技法

Conductivity Meter with Carbon Electrodes and Application for Densitometers
Technologies for a Practical Densitometer

鈴木 理一郎

Riichiro SUZUKI

カーボンの耐薬品性を活かした、電気伝導率用の2極センサを2002年に開発した。このセンサは、半導体プロセスにインラインセンサとして取り付けられ、濃度計として実用化されている。さらに高濃度用4極式センサと4極電気伝導率測定用に、新しい回路を設計した。この回路は、4極式のあらゆるセンサに対して、精度よく適用できる。フッ酸、TMAHなどの単成分の濃度は、精密な電気伝導率と温度測定を元にして、個別の温度補償演算を経て、濃度変換される。エッチング、現像などに用いる溶液は、濃度を一定に管理する必要があり、電気伝導率方式を応用した各種の濃度計に対する需要が高まっている。

2-pole electrical conductivity sensors with chemical resistant carbon electrodes are developed in 2002. These sensors are installed in the semiconductor wet process and used as a densitometer practically. The electrical circuit for 4-pole measurement was an innovation which improved the interface problem to the any 4-pole sensors. Single component concentration of HF or TMAH is measured from the conductivity, based on the precise measurement of conductivity and temperature, via individual temperature compensation of conductivity. Etching or developing solution should be controlled severely. Needs for monitoring solution based on the application of conductivity method are increased.

はじめに

半導体ウェットプロセスでは、洗浄とエッチングのために、数十種類の水溶液が用いられている。それらは、原液を現場で希釈して作成されることが多く、希釈装置の動作確認、および濃度の調整のために、濃度計が必要とされる。電解質では、その濃度と電気伝導率との相関が得られ、電気伝導率から濃度に変換することが可能である。リアルタイムに濃度情報が得られる電気伝導率測定方式は、試薬が不要で、インラインで簡単にプロセスに組み込めるため、単一成分の濃度測定には欠かせないものとなっている。センサの材質としては、金属材料は耐薬品性の問題で半導体用途には使用できない。一方、カーボンは、フッ酸をはじめとする通常の酸アルカリには耐久性があり、表面不純物も少ない特長がある。ここでは、半導体プロセスで、標準的に採用されている、カーボン電極式濃度計の性能と特長およびアプリケーションについて述べる。

水溶液の電気伝導

水分子は、2個の水素原子が1個の酸素原子を中心に、約104度の角度で配位され、相対的に水素原子はプラス、酸素原子はマイナス電荷の分布を成している。そのため、水は極性を有した溶媒である。電解質が水に溶解するとき、水分子の酸素が、プラスイオンに向けて配向し、水分子の水素が、マイナスイオンの回りに配向して、熱運動の中で各イオンを電離させている。結合の弱い塩化ナトリウム(NaCl)などのイオン結晶は、稀薄溶液では100%電離しているが、一方結合の強い塩化銀(AgCl)など僅かに電離するだけで、ほとんど水に溶解しないものもある*1。

水溶液中のイオンは、電界によりクーロン力を受け移動するので、この動きを電流で検知することができる。水溶液の電気伝導率は各イオンの濃度と動き易さに依存する。電気伝導率はサンプルを1 m³の形状に切り出した抵抗の逆数に相当し、その単位をS/mで表す。

*1：溶解度 AgCl 1.93 mg/L NaCl 26.43% 25℃ (化学便覧 改

訂3版)

2極法4極法および電磁誘導法

水溶液中に置いた1対の電極に、一定の電圧を掛けても、経時的に水溶液中の電界は一定ではなく、電流も一定とはならない。また電流の変化率は電気伝導率に依存する。電極と水溶液では、電荷がそれぞれ電子とイオンによって担われており、互いに相手の領域に侵入できないため、接合面で双方の電荷が寄り付く現象、いわゆる電気二重層を形成するためである。電気二重層は電気回路のコンデンサと同じ特性を示し、時間とともに電位差が接合面に集中するため、水溶液中の電界(電位の勾配)が低下していく。この状態になると、電流は流れないので、2極法では、電極に交流電位を印加して、交流電界中のイオンの移動を、交流電流として検出する方法で、電気伝導率を測定している。電気二重層のインピーダンスは $1/i\omega C$ で表され、角周波数 ω が高く、接合容量 C が大きいほど抵抗が低くなり、誤差を少なくできる。この誤差は電気伝導率が高い領域で顕著になる。

4極法では、電圧を印可する電極(電流極)に加え、電圧を検出する電極(電圧極)を電流極の近くに配置している。水溶液中の電流により誘起される電位差を検出して、電流を電位差で割る演算により、2極法では直線性が低下する高い電気伝導率においても、直線性は維持される。Figure 1は4極法の電流信号を電圧信号で割ることにより、直線性のある電気伝導率が得られることを示す図である。

4極法では、電気二重層の影響だけでなく、ケーブルの抵抗、電極自体の抵抗がキャンセルできる利点がある。電極を用いない電磁誘導方式では、電気二重層に係る問題がなく、高い電気伝導率の測定には好都合である。また、接液材質を樹脂材料だけにできる利点がある。しかし、得られ

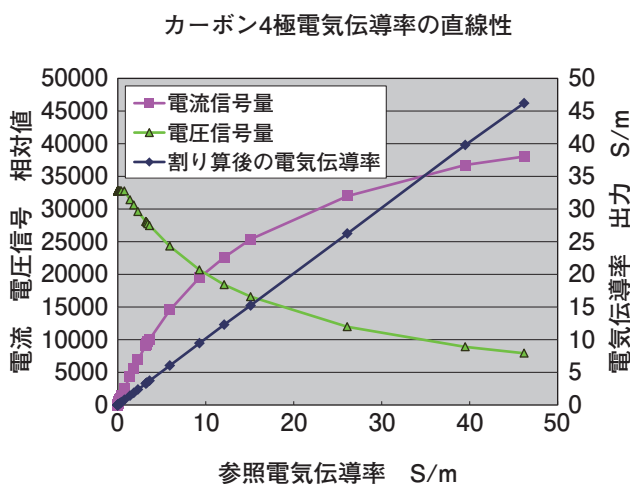


Figure 1 Current, voltage signal and current divided by voltage signal of the 4-electrode carbon sensor

る信号の直線性が保証されていないこと、センサを構成する磁性体のコアの温度変化が、感度変化となること、低い電気伝導率の測定が難しいことなど、精度追究には不利な点がある。

カーボン電極を用いたセンサの特長

カーボン電極を用いた2極式のセンサは2002年に、4極式のセンサは2008年に実用化された。2極式のセンサはセル定数を大きくして、電気二重層の問題を回避している。その際に問題なのが、半導体のインラインセンサとして実用化するために、各種のパイプ系に対応する必要があることである。小口径1/4インチから大口径1インチまでのサイズに対応して、センサを提供する必要があった。セル定数を大きくするために、センサを細長くするわけにはいかない。そこでセンサブロックの中に、メインの太い流路と、電気伝導率を測定する細い流路を平行に設けた。結果的にセル定数4/cmのセンサが75mmの寸法にできあがった。このセンサは約8 S/mまで直線的な電気伝導率が得られる。

接液材質はPFA (Tetra fluoro ethylene perfluoro alkyl vinyl ether copolymer), FFKM (Perfluoroelastomer) およびカーボンだけで、主にフッ酸の測定に用いられる。このセンサ用に、電気伝導率からフッ酸濃度、および塩酸とアンモニアの濃度が得られる変換器を提供している。

4極式カーボンセンサは、200 S/mまで直線的に測定できる余裕がある。このセンサを用いて、フッ酸50%、塩酸10%、TMAH (Tetramethylammonium hydroxide)10%までの



Figure 2 2-electrode carbon sensor



Figure 3 4-electrode carbon sensor

Table 1 Extracted metals from the carbon surface by Hydrogen chloride

抽出成分	塩酸による抽出 ppb		
	ブランク	1日	7日
Fe	110	110	97
Cu	1.9	1.2	1.4
Ni	0.32	0.36	0.36
Cr	0.74	0.76	0.66
Zn	9	11	8.5
Ti	2	2.1	2.2
Al	14	15	16
Ca	33	36	31
Na	250	260	260

濃度計を提供している。カーボン電極は、グラファイトとガラス状カーボンの中間的性質があり、機密性であるが加工が可能である。カーボン電極の耐食性は高く、フッ酸、塩酸、希硫酸、希硝酸、リン酸などの酸、およびほとんどのアルカリに耐えられる。また、カーボンは熱伝導性が良く、

温度素子のシースとしての利用価値がある。

半導体プロセスで問題になる不純物についてもカーボン電極の表面を酸で洗浄し、表面の不純物を除去すれば、不純物の溶出がほとんど無い状態にできる。Table 1に、近畿分析センターによる濃度測定結果を示す。サンプル液は塩酸ベースで、カーボン電極を漬けた日数と抽出された成分の濃度をppbで示している。

4極式電気伝導率測定回路

4極法では1対の電流極に流れる電流を、1対の電圧極で検出される電位差で割る操作が行われる。従来は、電圧極に一定の電位差が発生するように、つまり一定の電流が流れるようにOPアンプが電流極の印加電圧を変化させて、その印加電圧の最大振幅を電気伝導率とする回路が採用されていた。このような回路では、センサの形状や、電極の接触面積などにより、一定電流を流すための印加電圧が異なるため、センサ毎に最適回路を設計する必要があった。また、印加電圧の振幅が振り切れるような、動作の破綻が生じて、気付かない危険性があること、さらに周波数を高くしようとする、OPアンプの追従が遅れる問題があった。そこで、どのようなセンサにでも共通して使用できる、4極式電気伝導率測定回路を新規に開発した。それは、電流極に三角波の印加電圧を与えて、三角波の頂点の手前で、電流と電圧を検波し、直流化した信号をコンピュータで割る方法である。この方法によると、印加電圧を与えるので、回路の動作が破綻することなく、また周波数を上げることが可能である。電気伝導率が増加すると、電気二重層の飽和のために、やがて電流が変化しなくなる。しかし、溶液の抵抗が下がるため、電位差は低下するので、割り算の結果は、電気伝導率に直線的な信号が得られる。三角波を印加する目的は、溶液中の電界を維持させるためである。Figure 4に4極式電気伝導率測定の基本回路を示す。

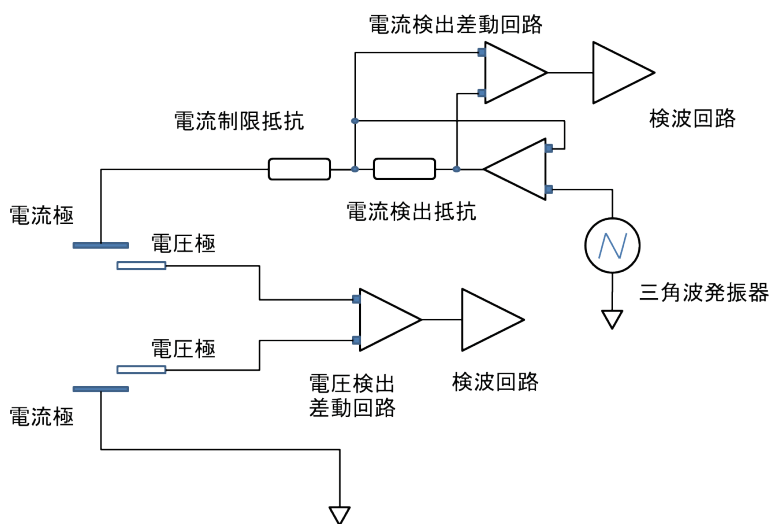


Figure 4 Electric circuit for 4-electrode conductivity measurement

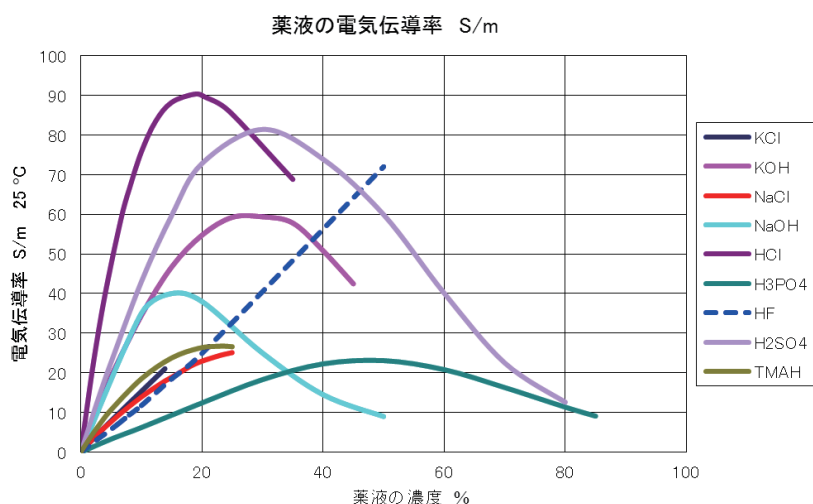


Figure 5 Conductivity characteristics of concerned chemical solution (S/m) (Measured by HORIBA Advanced Techno)

各種薬液の電気伝導率

各種薬液濃度と電気伝導率(25°C)の関係をFigure 5に示す。フッ酸の電気伝導率は特異性があり、低濃度では電気伝導率が低い、50%までは高濃度まで単調に増加する特性がある。塩酸、硫酸、リン酸、水酸化ナトリウムなどは電気伝導率

のピークがあり、水分が低下するにつれて、電気伝導率が低下する。塩化ナトリウムなどは、溶解が飽和に達するため、ピークがみられない。

工業プロセスへの応用

水溶液を調合するプロセスで、濃度管理が強く要求される代表的な薬品は、TMAHとHF（ふっ化水素酸）である。TMAHはシリコンの酸化膜表面の洗浄、エッチングあるいは、フォトレジストの現像に用いられる有機アルカリ薬液である。濃度を2.38%に管理するためには、少数3桁目の濃度分解能と精度が要求される。HFはシリコンの酸化膜のエッチングに用いられており、500 ppmから5000 ppmの濃度に調合されている。新しい薬液の濃度測定では問題は無いが、使用過程の薬液は、副産物による影響を受けることがある。代表的なのは、シリコンの酸化膜をフッ酸でエッチングするときに生成する導電性の高い六フッ化シリコンである。

電気伝導率から濃度に変換する方法は、他の測定方法（密度、音速、屈折率、滴定、pH、光吸収など）と比較して、再現性が得られ、分解能が高い利点がある。ただし電気伝導率は、濃度の増加にともない、単調に増加するとは限らないので、測定範囲は限定されている。また、電気伝導率は液温によって変化するので、濃度を求めるには、25℃の電気伝導率に温度補償する必要がある。一般には2%/℃の温度係数で温度補償されるが、薬液ごとに特有の温度特性があり、個別の温度補償関数で25℃の電気伝導率を求めている。温度補償関数は、直線式では補償しきれず、多項式が必要である場合や、濃度に対して変化する場合があるので、特殊なアルゴリズムで温度補償を行っている。例としてFigure 6にフッ酸5000 ppmの電気伝導率の温度変化を、25℃値を1とする比率で示した。25℃への温度補償はこのグラフの値で割れば得られる。

濃度の上昇で電気伝導率が低下する領域でも、濃度計とし

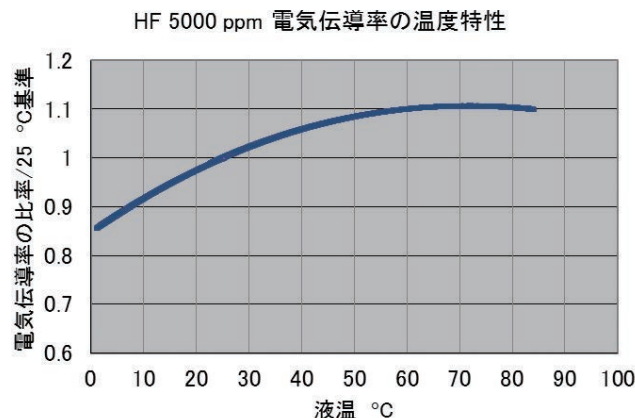


Figure 6 Example of the temperature characteristic of the conductivity of Hydrogen Fluoride solution

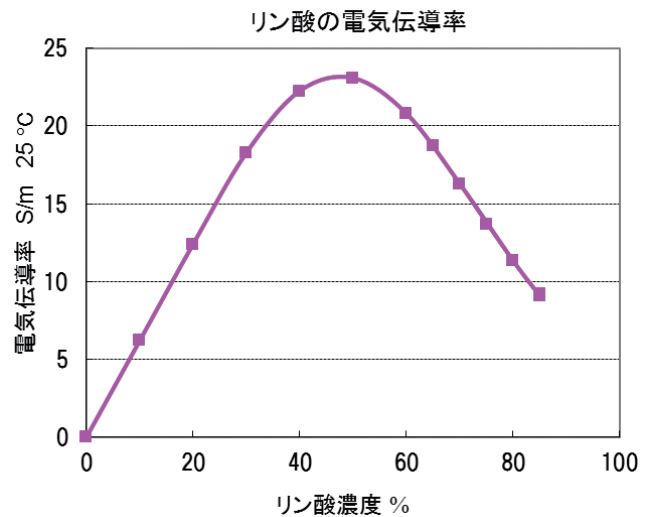


Figure 7 Conductivity of the phosphoric acid at 25°C

て応用されることがある。例えば、リン酸85%、160℃付近で、濃度を求めるアルゴリズムが開発されている。Figure 7に25℃におけるリン酸85%の電気伝導率を示す。各種温度におけるデータベースを基にして、電気伝導率と温度からリン酸の濃度を求めている。

薬液濃度計

単成分の薬液について、電気伝導率から濃度に変換した経験の範囲をTable 2に示した。これらは、実際に濃度計として温度補償を含めた変換ソフト設計を終えている。無機アルカリによる酸化シリコンのエッチングおよび洗浄、シュウ酸ベースのITO透明電極のエッチングなど、半導体、液晶、ソーラーパネルの製造プロセスで濃度計として実用化されている。

おわりに

カーボンは、金属に比べて耐薬品性能が高く、エッチング処理により接触面積の増加が可能であり、過酸化水素の分解に対する触媒効果が低いため、電気伝導率電極として最適な素材である。ただし、自由な大きさや形状が得られな

Table 2 Practical concentration range converted from the conductivity for each chemical solutions

成分	濃度範囲%	成分	濃度範囲%
HCl	0-15	NaOH	0-12
H2SO4	0-20	TMAH	0-15
HF	0-50	NH3	0-2
HNO3	0-15	NaCl	0-23
(COOH)2	0-7	KCl	0-20
H3PO4	0-30	K2CO3	0-10
KOH	0-20	Na2CO3	0-12

いのが難点である。電極の形状を共通化して、多様な要求に対応するセンサを設計することが求められている。また、今後は半導体以外の一般工業用にも、カーボンの特性を活かした電気伝導率センサの開発を進めていく所存である。

**鈴木 理一郎**

Riichiro SUZUKI

株式会社 堀場アドバンスドテクノ
開発部Development Department
HORIBA Advanced Techno, Co., Ltd.

半導体薬液用溶存酸素計 (HD-960L)

低濃度・高温・低流量・耐薬品性を実現した、半導体薬液用の溶存酸素計の特性について

Dissolved Oxygen Monitor (HD-960L) for Semiconductor Wet Process

Performance of the Dissolved Oxygen Monitor Used in the Semiconductor Wet Process;

Low Concentration Monitoring, High Temperature, Small Amount of Sampling Volume, Chemical Resistance

井上 健太郎

Kentaro INOUE

半導体ウェットプロセスで使用される薬液用(HFおよびTMAH水溶液)の溶存酸素濃度計(HD-960L)を製品化した。センサはポーラログラフ式を採用し、低濃度の応答を良くするためにガード極を設けた。内部電解液量の濃度の最適化と、ガード極への電流制限抵抗の配置により、高温溶液測定と内部電解液の長寿命化を実現した。評価試験の結果、飽和溶存酸素の信号は、薬液の濃度を変化させても影響がないこと、低濃度での濃度変化に対する応答が十分速く、信号は濃度に対して直線的であることが確認された。センサを装着するフローチャンバは、スターラを装着し、低サンプル流量でも溶存酸素を安定に測定できるようにした。

The dissolved oxygen monitor HD-960L was launched which is used for the etching chemicals (HF and TMAH aqueous solution) in the semiconductor wet process. In the polarographic sensor, a guard electrode is arranged to obtain faster response for low concentration range. The volume of the electrolyte solution is limited so as to minimize the slack of the membrane by hot sample. The guard electrode together with a current restrict resistor prolongs the life of electrolyte solution. The results of the performance test showed that the signal of saturated oxygen would not be influenced by the chemical existence, the response to the concentration changing in low concentration area was good enough, and the output was linear to the input concentration. In the flow chamber, magnetic stirrer is installed to measure the dissolved oxygen stably in low sample flow rate.

はじめに

半導体デバイスの製造プロセスでは、フッ酸やTMAH (Tetramethylammonium hydroxide)の水溶液が使用されている。これらプロセスに使用される薬液には通常数 $\mu\text{g/L}$ ~数 mg/L の酸素が含まれており、この薬液中の溶存酸素がウェハー処理に影響を与えることが指摘されている。

TMAHによるエッチングの速さ、表面の平坦性が溶存酸素の濃度に関係し、仕上がりの状態に影響すること、フッ酸中の溶存酸素によってCu配線が腐食しデバイスの特性悪化の要因となることが分かってきており、これらの薬液中の溶存酸素をモニタリングする必要性が高まってきた。

雰囲気中の酸素を断つことは、窒素パージする事で実現できるが、薬液中の酸素も低濃度にコントロールする必要がある場合、溶存酸素濃度計での確認が必要となっている。こ

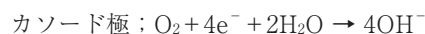
こでは、半導体デバイスの製造プロセスで使用される薬液に特化した、低濃度用、高温用の溶存酸素計(HD-960L)の、性能と構造について紹介する。

測定原理(隔膜ポーラログラフ法)

この溶存酸素計では隔膜式ポーラログラフ方式の電気化学センサを採用しており、センサはアノード極、カソード極、ガード極で構成される。センサ内部は電解液で満たされており、測定対象液とセンサの間はガス透過性の高分子膜(隔膜)で隔離されている。

測定対象となる水溶液と電極を隔てている隔膜を通り抜けた酸素ガスは、薄い電解液の膜に覆われたカソード極(Au)に、拡散によって到達すると、カソード極から電子を受け取り、還元され、水酸化物イオンになる。アノード極(Ag)では、アノード極の一部が酸化されて、イオン化し、アノード極から離脱すると同時に、アノード極に電子を残す。このとき、電子がアノード極からカソード極に移動するので、

電流計で測定すれば、酸素ガスの還元反応の時間当たりの数に比例した信号が得られる。電解液の主成分はKCl水溶液で、反応に伴うpHの変化を少なくするための、pH緩衝剤が添加されている。カソード極はアノード極に対して、反応を促進するため、マイナス0.6 V程度の電圧を印加している。酸素ガスの還元に伴う化学反応を次に示す。



反応に伴い塩化物イオンが消費されるので、電解液には寿命が伴う。同時に、アノード極の銀も徐々に酸化されるが、アノード極は十分な量が確保されており、電解液の消耗に比べると無視できる。

試料がフッ酸やTMAHなどの溶液の場合、イオンは隔膜を移動できないので、反応には影響しない。塩分濃度補正については、薬液の濃度が分かれば補正することも可能であるが、この装置では純水中の溶存酸素として出力している。

ガス透過膜

ガス透過膜(隔膜)にはFEP製のメンブレン(厚さ25 μm)を用いた。電解液に接する面は親水処理を施して、電解液とカソード極、および電解液と隔膜の濡れを良くしている。

低濃度の溶存酸素測定のための工夫

カソード極に到達する酸素ガスは、カソード極直上の隔膜を通り抜けて到達するものと、電解液中の溶存酸素が拡散によって到達するものがある。電解液中の溶存酸素は、最終的には試料液中の溶存酸素と平衡になるのであるが、電解液の体積が大きいので、平衡に達するには数時間を要する。例えば、空気中に長時間晒し電解液中に十分酸素が溶け込んだ状態のセンサを、酸素ゼロの環境に置いたとき、隔膜を通して到達する酸素ガスがゼロになっているにも係らず、電解液中の溶存酸素がカソード極に到達すると、信号がゼロにならない、もしくはゼロになるまでに、長時間を要することになる。この現象は、高濃度の測定を行う場合には無視できるのであるが、数μg/Lレベルの低濃度の酸素濃度測定においては顕著になる。

そこで、カソード極と同じ機能を持たせたリング状のガード極をカソード極の周囲に設けて、電解液中の溶存酸素をこのガード極で還元してカソード極に到達しないようにした。このガード極により低濃度測定時に問題となる、電解液からの拡散による到達をブロックし、高速応答を可能にしている。

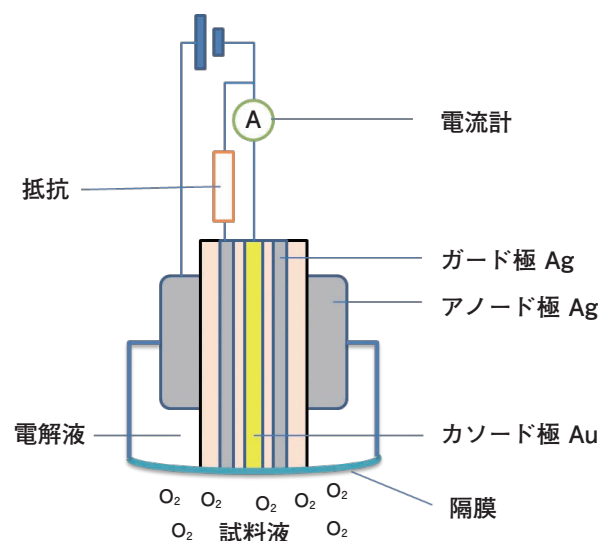


Figure 1 Measurement principle of membrane polarograph method

ガード極の電流制限

ガード極は、低濃度の応答を早くするために必要なものであり、高濃度では不要なものである。しかし、ガード極はカソード極に比べて表面積が約1.4倍あるため、長時間高濃度の酸素に晒された状態では、ガード極によって酸素が還元され、電解液の劣化が早まる欠点がある。そこで、酸素濃度が高い状態においてガード極での還元反応を抑えて電解液の劣化を防ぐため電流を制限する抵抗を設けた。この電流制限抵抗により、低い溶存酸素の場合には本来のガード極の機能を維持しながら、高濃度時のみガード極の機能を制限して不要な電解液の消費を抑制している。Figure 1に、ガード極付き隔膜ポーラログラフ測定原理図を示す。

ガード極の効用

酸素に電子を提供しやすくするために、カソード極の電位を下げて、電子密度を上げている。そのためカソード極に金属イオンが到達すると、電子を受け取り還元されて、カソード極の表面に析出する。この現象が生じると、カソード極の表面積が増加し、その割合で感度に変化する。ガード極は、電解液中の金属イオンを還元してトラップするので、カソード極に金属が析出しない利点がある。

高温試料の測定

センサは、60℃までの高温試料の測定が可能である。センサに供給される液温が上昇すると、電解液の体積が上昇して、内部の圧力が高まり、隔膜を内側から押す力が発生する。そうすると、隔膜とカソード極の隙間が拡がり、拡散距離が長くなるので、応答性が悪化する。対処として、隔膜の直径を大きくし、電解液の液量を減らす方法を採用した。この方法により内部電解液の体積膨張時でも隔膜とカソード極間の隙間が大きくならないようにしている。電解液の寿命の点では、液量は多い方が好ましいが、測定温度

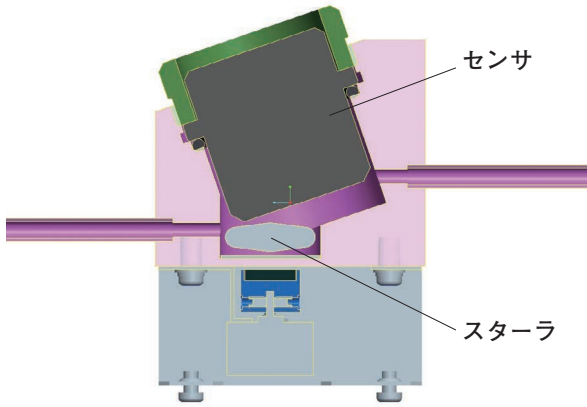


Figure 2 Cross section of the flow chamber with a sensor attached

を上げるため、濃度と液量を最適化している。

フローチャンバの構造

測定された試料液はプロセスに戻せないため、試料である薬液のサンプリング量は極小化することが求められる。低流量での測定が望ましいが電位測定センサとは異なり、試料中の測定成分である酸素を消費するため、静止した試料での測定は誤差が大きくなる。正確な測定にはセンサの隔膜表面に常に新鮮な試料を供給する事が必要となる。低流量の試料液供給でも、隔膜表面の濃度を新鮮な濃度に保つためには、試料液を攪拌することが有効である。フローチャンバの底面には、マグネティックスターラを装備して、試料液を攪拌しているので、流れのない試料液でも、溶存酸素を測定できる。

半導体プロセス用のPFA製配管を直接溶接できるように、本体をPFA製とした。温度センサはフローチャンバに設置して、より高速に液温を測定できるようになった。Figure 2にセンサを装着したフローチャンバの断面を示す。

Figure 3にマグネティックスターラを動作させたときと止

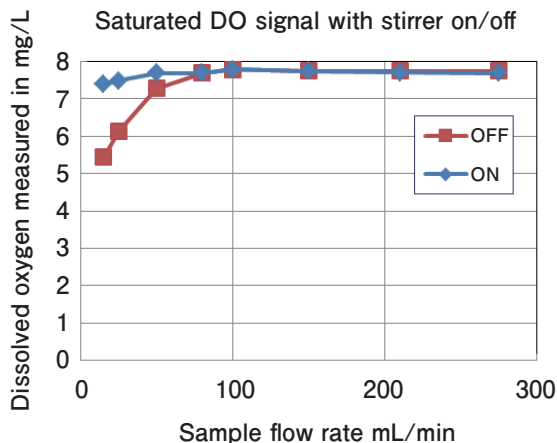


Figure 3 Efficacy of the imbedded stirrer resulted from evaluation test (Possible to measure in low flow rate)

めたときの流量に対する測定値を比較した。スターラを止めると、流量が低い場合に、指示が極端に低下することがわかる。

薬液中の溶存酸素信号

薬液中の溶存酸素測定において、イオンは隔膜を通過できないので、基本的にはイオン成分は測定に影響しない。塩素ガス、オゾンガスなどのガス成分は隔膜を通り抜けることができるので影響を与える。フッ酸は100%電離せず、ほとんどが分子の状態で存在するが、低濃度ではフッ化水素(HF)の蒸気圧が低いため、実験的には影響を与えなかった。TMAHはほとんど電離しており、隔膜を通り抜けることができないので影響しない。純水を空気バブリングしておき、フッ酸およびTMAHを添加しながら、飽和溶存酸素の信号の変化を確認したが、どちらも薬液の濃度を変えても影響を受けなかった。Figure 4とFigure 5にHFおよびTMAHの濃度を変えたときの空気飽和の状態の測定値を示す。

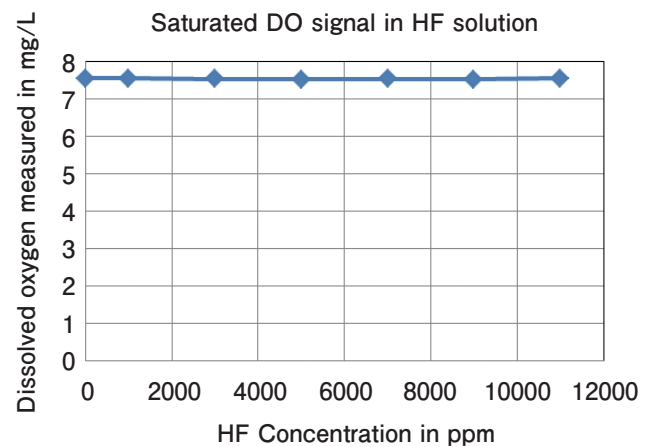


Figure 4 Air saturated DO signal in HF solution

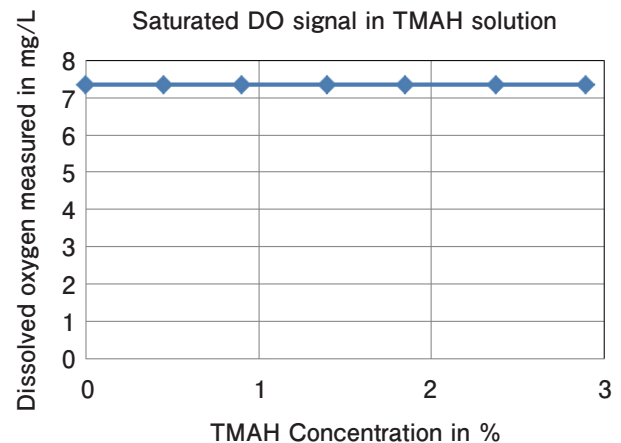


Figure 5 Air saturated DO signal in TMAH solution

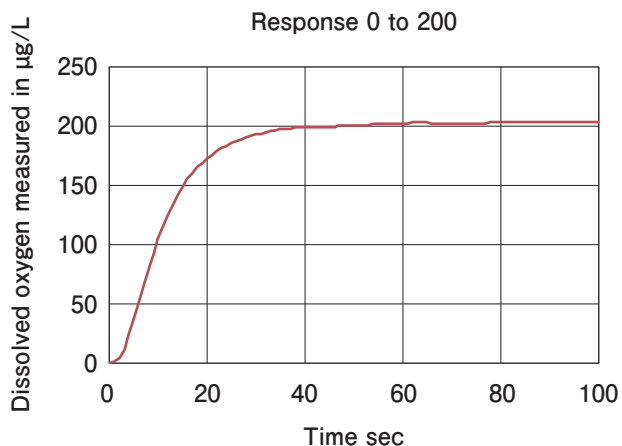


Figure 6 Rising response of DO

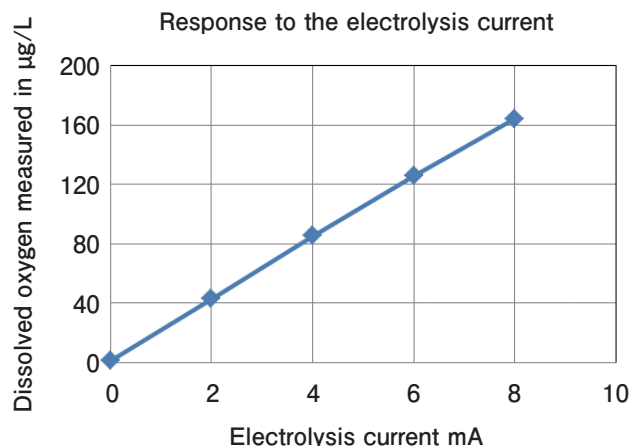


Figure 8 Linearity of DO in low concentration

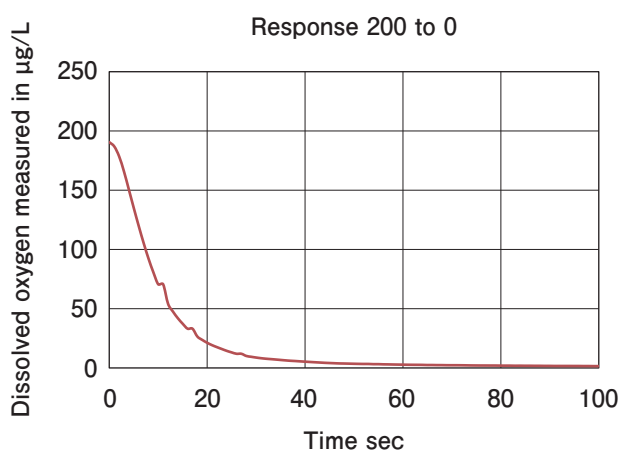


Figure 7 Falling signal of DO

バの手前で弁を切り替えて、立ち上がりと立ち下りの応答性能を確認した。Figure 6とFigure 7に低濃度域での応答性を示す。

信号の直線性

脱気水を一定流量で流しながら、電解による酸素発生器を通す方法で、電解電流を調整して、溶存酸素濃度を調整させた。計算で得られる溶存酸素濃度に対して、検知電流は直線的に変化することが確認できた。酸素ゼロでの残余電流が低く、ゼロ点は極めて安定している。Figure 8に電解電流で溶存酸素濃度を調整して、直線性を確認した結果を示す。

信号の応答性

ガード極により、低い溶存酸素濃度領域でも、高速に応答することが確認できた。脱気水と、脱気水を電気分解して200 µg/L程度の溶存酸素を発生させた液を、フローチャン

製品仕様と外観

製品の外観をFigure 9に、仕様をTable 1に示す。



(a) sensor unit: DO-100



(b) Amplifier: HD-960L

Figure 9 Outline view of Dissolved Oxygen monitor

Table 1 Abstract of the specification

Model	Amplifier	HD-960L
	Sensor Unit	DO-100
	Sensor	5600
Measuring principle	Membrane Polarography	
Measuring range	200.0 µg/L 2.000 mg/L 20.00 mg/L	
Measurement cycle	1 sec	
Repeatability	+/- 1%FS	
Linearity	+/- 1%FS	
Response (T90)	30 sec	
Sample condition	Flow rate	15 to 200 mL/min
	Temperature	10 to 45 deg.C
	Pressure	0 to 0.1 MPa
	HF concentration	Less than 5000 ppm
Wetted material	Sensor body	PP
	Membrane	FEP
	Flow chamber	PFA
Facility	Power	DC24 V
	Purge gas	N ₂

おわりに

高温対応のために、電解液を減らしたことで、電解液の寿命が短くなる問題に対して、ガード極に抵抗を与えることで、高濃度の溶存酸素に晒されても、電解液の消費を抑えることができるのは、この製品の大きな特長である。さらに接液部材の耐薬品性やフローチャンバの構成を半導体プロセスに特化させたことで、上記の特徴を薬液中の溶存酸素測定でも活かすことができた。

今後も複雑化する半導体プロセスにおいて、従来からの薬液濃度の測定に加えて、この溶存酸素のような「薬液濃度以外の計測」は今後もますます重要になると予想される。この溶存酸素計が半導体の品質向上、歩留りの向上に貢献することを願っている。



井上 健太郎

Kentaro INOUE

株式会社 堀場アドバンスドテクノ
開発部
Development Department
HORIBA Advanced Techno, Co., Ltd.

Product Introduction

新製品紹介

静電容量型真空計の開発

Development of Capacitance Diaphragm Gauge

岸田 創太郎

Sotaro KISHIDA

半導体やFPD (Flat Panel Display), 太陽電池, LED (Light Emitting Diode) などの製作に用いられる製膜プロセスやエッチングプロセスでは, 様々なガスが用いられるとともに, プロセス圧力は製品品質に大きな影響を与えるため, ガス依存性がなく耐食性に優れた高精度の真空計が必要とされる。我々はこのような要求に応えるため, 静電容量型の隔膜真空計である「VG-200シリーズ」の開発を行い, その性能を評価した結果, 非常に優れた再現性と安定性を確認することができた。ここではVG-200の製品特徴と性能評価結果の詳細について報告する。

In the deposition process or an etching process that made to be used for the fabrication of LEDs, semiconductors, FPDs and solar cells, various gases are used and the process pressure gives large effect on product quality, so the excellent corrosion resistance, and without gas dependent, and high accuracy are required to vacuum gauge. To provide solutions to these requests, HORIBA STEC has developed the Capacitance Diaphragm Gauge “VG-200 Series”, and the results of the performance evaluation were superior reproducibility and long term stability. Here, we describe the product features and performance evaluation results of the VG-200.

はじめに

近年あらゆる産業において製造プロセス中の圧力を測定・管理することは, 製品品質を維持管理するうえで非常に重要な事柄となってきた。例えば半導体の製造においては, 低真空領域でわずかな圧力の変化をコントロールすることが必要なプロセスがあり, 真空計に対しても微少な圧力変化を精度よく測定できることが求められている。また, 再生可能エネルギー・ディスプレイ・MEMSなどの産業においても真空を利用した製品製造プロセスが用いられることがあり, これらのような幅広い産業で真空計は用いられている。これらのことから今後ますます高精度で安定した真空計測の重要度が増すことは明らかである。

当社はこれらの市場の要望に応えるべく, センサ構造と信号処理アルゴリズムを独自開発し, また社内での精密溶接の製造技術開発を行うことによって, 自己温調タイプで小型・高精度の静電容量型真空計「VG-200シリーズ」の開発に成功したので紹介する。

静電容量型真空計の測定原理

静電容量型真空計(キャパシタンスマノメータ)の測定原理 (Figure 1)を説明する。

センサボディはダイアフラムによって基準室と測定室に分けられ, 基準室内には固定された電極が設置されており, ゲッター材^{*1}によって真空中に維持されている。一方で測定室の圧力が変化することによってダイアフラムがたわみ,

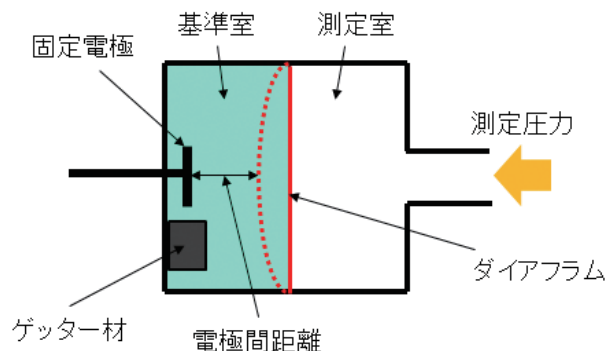


Figure 1 Diagram of Capacitance Diaphragm Gauge

電極とダイアフラムの距離が変化することによって、これらの間に発生する静電容量も変化する。この静電容量の変化を計測し圧力値に換算することによって、測定室内の圧力値を知ることができる。また、ダイアフラムに受ける力(圧力)をそのまま直接出力に変換できることから、性能のガス種による依存性がなく精度のよい圧力測定を行うことができる。

*1: ゲッター材: 余分なガスを吸着して真空度を維持する材料

VG-200シリーズの特徴

製品仕様

VG-200シリーズの製品外観と製品仕様をFigure 2とTable 1にそれぞれ示す。



Figure 2 Appearance of VG-200 series

Table 1 Specification of VG-200 series

Model	VG-200
測定圧力レンジ	10, 100, 1000 Torr
センサ温調温度	55°C/100°C
精度	0.25%R.S.
ゼロ温度係数	0.0025%F.S./°C
スパン温度係数	0.02%R.S./°C
使用環境温度範囲	10°C to 45°C (55°C) 10°C to 50°C (100°C)
暖機時間	60 min (55°C) 120 min (100°C)
保証耐圧力	350 kPa (A)
出力	Analog 0-10 V >10 kΩ load
電源	±15 VDC ±5% or 24VDC±5% @0.6 Amax

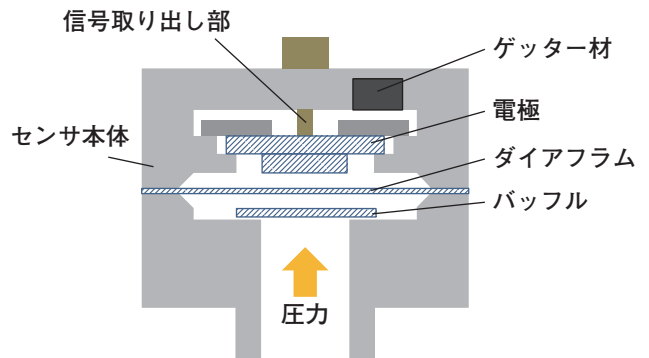


Figure 3 Cross section view of sensor package

自己温調タイプの静電容量型真空計としては小型でありながら、高精度、高分解能を達成している。また生産工程も自動化されており、製品のバラつきも小さく安定した生産体制を確立することができた。

センサ構造

VG-200シリーズのセンサ構造(Figure 3)について説明する。

電極は直接センサボディーに接合される構造ではなく、電極全体に常に同じ方向に一定の力が加わる方法でセンサボディーに固定される構造となっている。このような独自開発の電極構造を採用することによって、電源投入後の温調開始時などの大きな温度変化が起こった時などに発生する熱応力の影響を最小限に抑えることができ、優れた安定性を実現している。

またダイアフラムの材料として耐食性に優れたNi合金を用いることによって、腐食ガスにも強く過酷な環境でも安定した出力を得ることができる。

精密溶接技術

静電容量型の真空計ではわずかな圧力を検知するため、金属ダイアフラムの厚みは100 μm以下の非常に薄いものとなっている。このような薄膜金属ダイアフラムの溶接においては、溶接入熱の影響によりダイアフラムに不均一な応力を与えないために、精密にコントロールされた溶接技術が必要となってくる。当社は数年前から半導体レーザー溶接の技術を導入し、マスフローコントローラへ搭載できる小型・高性能の静電容量型の圧力センサの量産を行っていることもあり、その技術を応用することによって、このような精密溶接技術を確立することができた。

信号処理技術

一般的に用いられる同期復調回路(synchronous demodulator)の構成では、検出コンデンサにかかる分圧をオペアンプ(初段アンプ)により検出する事を行っている

が、この方法では環境影響や電源電圧変動により、反転回路と非反転回路の間に位相や電位にずれが発生し、測定誤差が生じてしまうという問題が潜在的に在る。当社では上記内容の問題点を独自の回路を実装する事で解決している。この回路ではセンサからの出力パルスと位相同期させたサンプリング回路を用いることで常に同位相でパルス振幅を読み取る構成とし、アナログ演算時に発生する測定誤差の要因を低減、外乱影響が軽減できたことから高分解能化を達成している。また、この回路は従来からの問題の根幹となる電気回路の反転・非反転回路を取り除いた回路とすることを前提で構成を変更し、基板の面積の小型化にも成功した。

電源仕様

VG-200のインターフェースピンアサインをTable 2に示す。

Table 2 Interface pin assignment of VG-200 series

ピンNo.	信号
1	Re Zero入力(+)
2	圧力出力信号 0~10 VDC/0~F.S.圧力 (負荷抵抗10 kΩ以上)
3	Re Zero入力(-)
4	NPNオープンコレクタ出力(暖気ステータス) 暖機完了時にオープンコレクタON
5	電源コモン
6	電源入力 -15 VDC *1)
7	電源入力 +15 VDC/+24 VDC
8	セットポイントリレー1 ノーマルクローズ
9	セットポイントリレー1 ノーマルオープン
10	セットポイントリレー1 コモン
11	セットポイントリレー2 ノーマルクローズ
12	圧力出力信号 コモン
13	セットポイントリレー2 ノーマルオープン
14	セットポイントリレー2 コモン
15	未使用(本機では何も接続しないでください)

*1) 単電源24 Vをご使用の際は、6pinには何も接続しないでください。

VG-200は±15 VDCだけでなく24 VDCの電源供給でも動作するように設計されており、幅広い産業の真空装置からの電源に対して用いることができるようになっている。

ゼロ調整機能

ゼロ調整の方法としては本体上面のゼロ調整スイッチを押下するほかに、専用ソフトウェアによるゼロ調整と、インターフェース上のピン間の接続により行う方法があり、直接的でも遠隔でもゼロ調整ができるようになっている。

セットポイントリレー

VG-200は2点の独立したリレー機能を標準で搭載している。また、それぞれのリレーとしてa接点とb接点を選択できるうえに、上限閾値の設定と下限閾値の設定が個別にできるようになっている。ユーザーは専用ソフトウェアで自由に閾値を設定することができ、様々なイベント設定に対応できるものとなっている。

評価結果

圧力出力特性と温度特性

測定レンジが1.3 kPa (abs)、温調温度が100℃仕様のセンサの出力の環境温度依存性をFigure 4に示す。

この仕様のセンサの使用環境温度範囲は10℃～50℃であり、この温度の範囲内においてほとんど温度影響を受けず、安定した結果であることが確認できた。

ゼロ点安定性

約100日間のゼロ点安定性の測定結果をFigure 5に示す。長期間にわたって出力が安定していることが確認できた。

繰り返し再現性と過大圧再現性

真空と大気圧を10000回繰り返し印加した時の出力安定性をFigure 6に、過大な圧力(350 kPa (abs))を1時間印加し続けた時の出力安定性をFigure 7にそれぞれ示す。

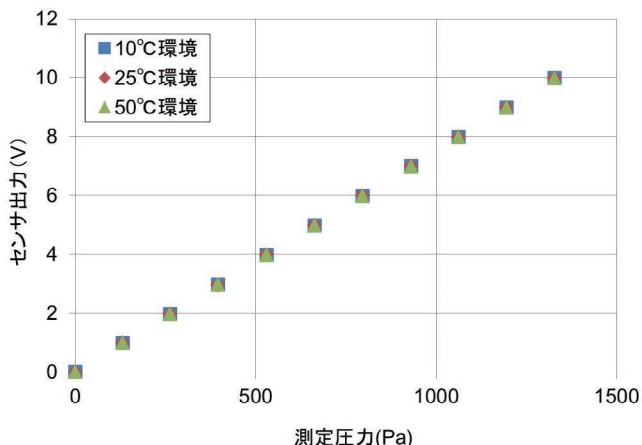


Figure 4 Ambient temperature characteristics

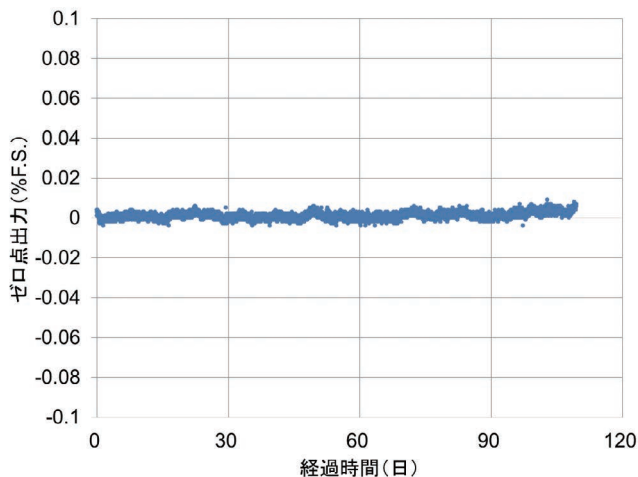


Figure 5 Long term Zero stability

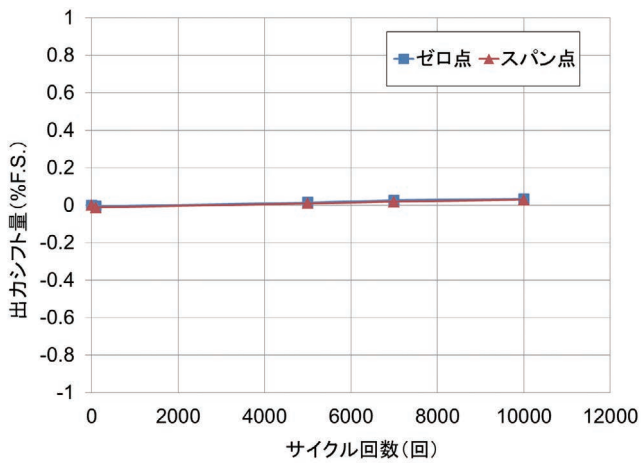


Figure 6 Test result of pressure cycle

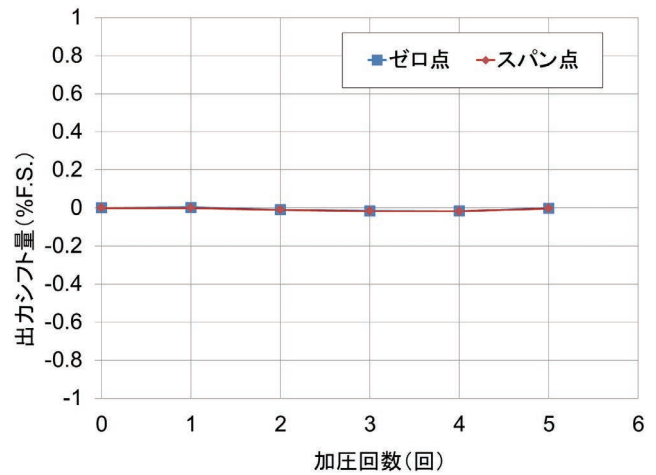


Figure 7 Test result of proof pressure

機械的特性に優れた金属ダイアフラムを用いることによって、センサに過大な圧力が加わった場合でも出力シフトを最小限に抑えることができ、また繰り返し大気暴露された場合も出力シフトが非常に小さいことが確認できた。

おわりに

当社では独自開発の技術を用いて、小型・高精度で優れた耐食性を有したオールメタル構造の静電容量型真空計の開発に成功した。今後は更に低い圧力の測定、高感度な測定、高温プロセスの測定が出来るような真空計の開発を進めていきたい。

堀場エステックは流体制御機器のトップサプライヤーの一員として、主に半導体製造装置市場に対してマスフローコントローラの販売を行ってきた。今回開発した真空計をはじめとして、プロセスチャンバを制御する製品群の幅を広げていき、多種多様な顧客要求に対してソリューションを提供することにより、世の中の発展に貢献していきたいと考えている。

参考文献

- [1] Larry K. Baxter : CAPACITIVE SENSORS,IEEE Press, 1997.
- [2] 畑板剛久, *Readout*, 10, 36(2010).



岸田 創太郎

Sotaro KISHIDA

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計 2部
Development Design Dept. 2
HORIBA STEC, Co., Ltd.

Product Introduction

新製品紹介

超薄型マスフローコントローラの開発

Development of Ultra Thin Mass Flow Controller

長澤 政幸

Masayuki NAGASAWA

近年の半導体製造プロセスにおいて、微細化技術やウェハの個体差軽減による品質向上の流れに伴い、ガス供給システムの高性能化が求められている。具体的には、マスフローコントローラ(MFC)の搭載台数を増やすことや、プロセスチャンバーの近傍にMFCを設置することが検討されており、それに伴いガス供給システムの小型化が必要になっている。当社では、これら要求に対応可能な10 mm幅MFCを開発しており、本稿ではその製品説明及び応用技術について紹介する。

In recent semiconductor manufacturing process, high performance gas delivery system is required for the purpose of process miniaturization and wafer quality improvement. Specifically, the idea of increasing Mass Flow Controller(MFC) installation and mounting MFC close to process chamber, are discussed. Therefore, it is necessary that gas delivery system will be downsized. HORIBA STEC has developed 10 mm width MFC which is possible to be applied to these requirements. This paper, introduce product descriptions and application technology.

はじめに

MFCは半導体製造工程の成膜やエッチングプロセスにおいて、さまざまなガスの質量流量を高精度に制御する重要な機器である。近年の半導体プロセスでは、チップの配線を縮小させる微細化技術、ウェハの面内均一性及び製造装置間の機差低減によるウェハのばらつき軽減が必要とされている。それに伴い、1つのチャンバーに対して取り扱われるガス種・流量レンジも増えていく傾向にあることから、MFCの搭載台数が多くなってきている。また新しいプロセスでは、これまで以上の高速制御が要求されている。一方で、MFCが格納されているガスボックスでは、製造装置のスペース上の問題から更なるMFC台数の増加には対応困難であり、ガス供給システムの小型化が望まれている。そこで、当社ではMFCのサイズを従来の1.125 inch幅から約1/3の10 mm幅へと縮小し、更に高速応答・高精度という利点を持つ差圧式MFC『CRITERION』(クライテリオン)技術を用いたMFC(DZ-100)を開発しており、この製品について紹介する。

DZ-100の概要

Figure 1にDZ-100の構造を示す。部品構成としては、パーティクルから本体を保護するためのガスフィルタ、コント

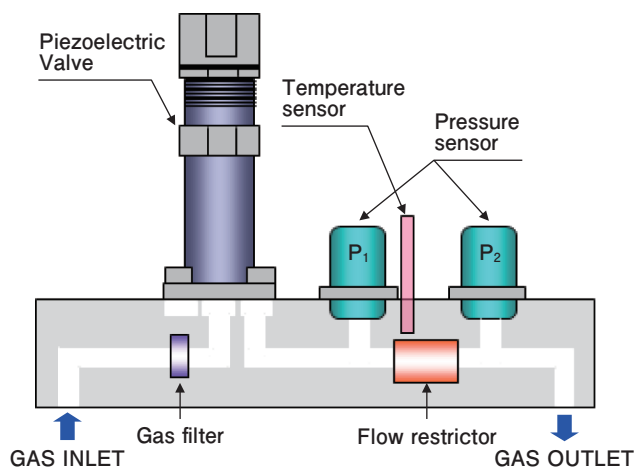


Figure 1 DZ-100の構造

ロールバルブ、2個の圧力センサと層流素子抵抗体(以下リストリクタ)、温度センサから構成されている。コントロールバルブの駆動には、高速応答と低消費電力に対応したピエゾアクチュエータを採用している。流量計測には、リストリクタの上流側と下流側それぞれの絶対圧、およびガス温度を用いて内部の演算回路にて正確な流量に演算している。演算された流量は、任意の設定流量との比較演算にてコントロールバルブの駆動量を算出しフィードバック制御を行っている。

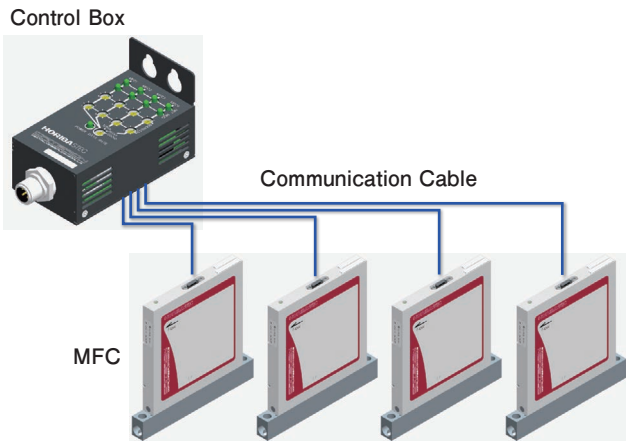


Figure 2 機器構成

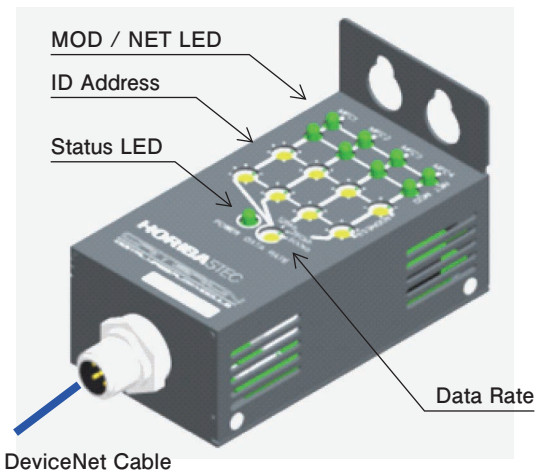


Figure 3 制御ボックスの外観図

Table 1 MFCの外径寸法の比較

項目	1.125inch幅MFC	DZ-100
横	105 mm	99 mm
幅	28.6 mm	10 mm
高さ	126 mm	102 mm
容積	260 cm ³	85 cm ³
重量	800 g	230 g

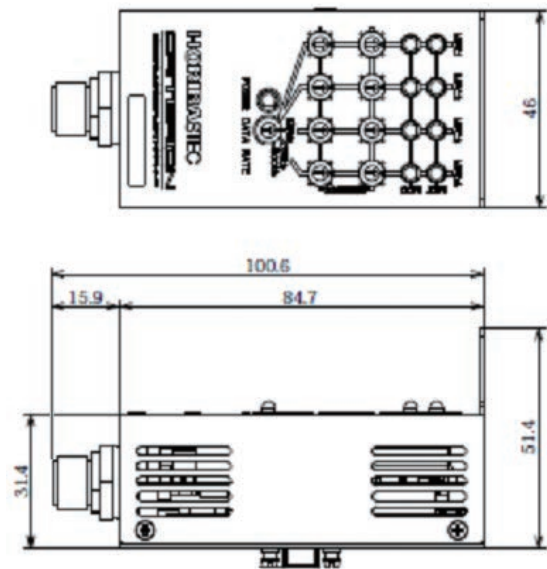
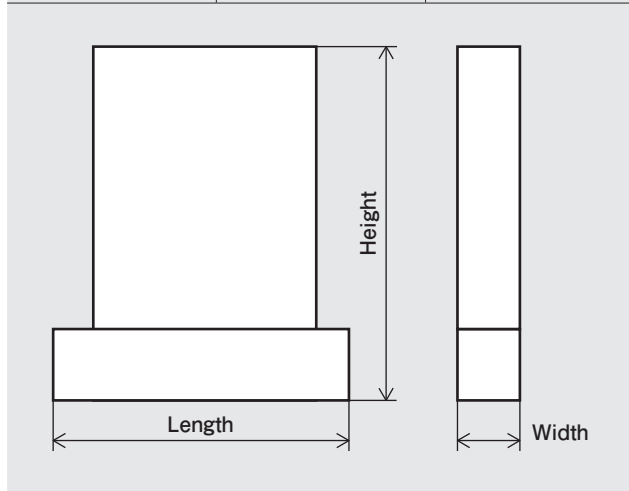


Figure 4 制御ボックスの外形状寸法

機器構成

Figure 2に機器構成を示す。小型で処理能力の高いCPUを採用し、ピエゾ駆動回路と制御CPUをMFC本体側に設けている。電源部分は制御ボックス側に設けており、MFC本体部分と制御ボックスは専用の小型コネクタ配線で接続する。1つの制御ボックスにつき、最大4台のMFCを制御させることが可能である。Table 1に一般的な1.125 inch幅MFCとDZ-100の外形状寸法を示す。MFC本体の薄型化及び制御ボックスとMFC本体を別構成にすることで、容積比約67%削減、重量比約70%の軽量化が実現できた。

制御ボックス

Figure 3に制御ボックスの外観図を示す。製造装置側から1本のDeviceNetケーブルを本体に接続することで、最大4台のMFCを制御する。制御ボックス上部より通信速度の設定が可能であり、最大接続台数4台分の通信用ID設定及びMFCの通信状態を確認出来る。またFigure 4に制御ボックスの外形状寸法を示すが、MFC本体同様に制御ボックスも小型サイズである。

MFCの小型化によるメリット

- ①ガスボックスの軽量化による装置立ち上げ工期短縮
DZ-100を使用することで、ガスボックスは容積比約80%

削減、重量比で約70%軽量化の約50 kgで構成することができ、人力での作業が可能なサイズに縮小出来る。このため、装置の輸送や据え付け作業が容易となる。

②ウェハの面内均一性向上

MFCを10 mm幅に縮小したことで、チャンバーへのガス供給ライン数を増やすことが可能になる。チャンバー内のガス濃度分布をより緻密に制御することが出来るため、ウェハのばらつき低減が可能である。

③チャンバー近傍でのガス制御

従来のガスボックスでは、ガスボックスからチャンバーまでの距離が数m必要とされていた。DZ-100を使用することでガスボックスの小型化が可能となり、チャンバー近傍に設置出来る。ガス置換速度の向上やガス供給ラインの切替え時間の短縮によるスループット向上が期待出来る。

DZ-100は製品サイズの小型化だけでなく、性能面において従来製品から向上させている。特に市場で重要視されている3つの基本性能に対して次に紹介する。

応答速度

近年ウェハのスループット向上やプロセスの高速化に伴い、MFCに対して応答速度の高速化が求められている。従来機は応答速度0.8秒であった。制御アルゴリズムの改良に加え、今回ピエゾアクチュエータを小型サイズにすることで静電容量が小さくでき、応答速度の高速化が可能となった。(Figure 5)。

*1 : SCCM : Standard Cubic Centimeter per Minutes, 基準状態(0℃, 101.3 kPa)におけるガスの流量(mL/min)を表す単位

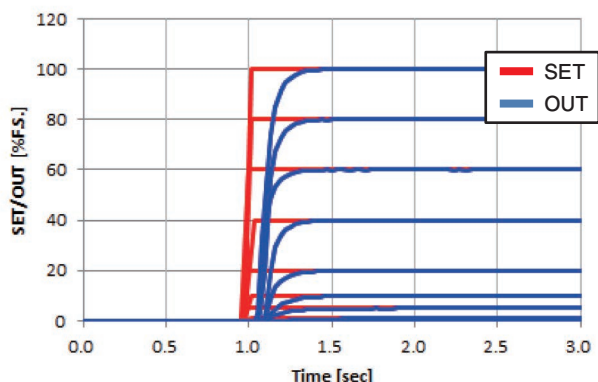


Figure 5 立ち上がり応答性能 (窒素ガス フルスケール160SCCM*)

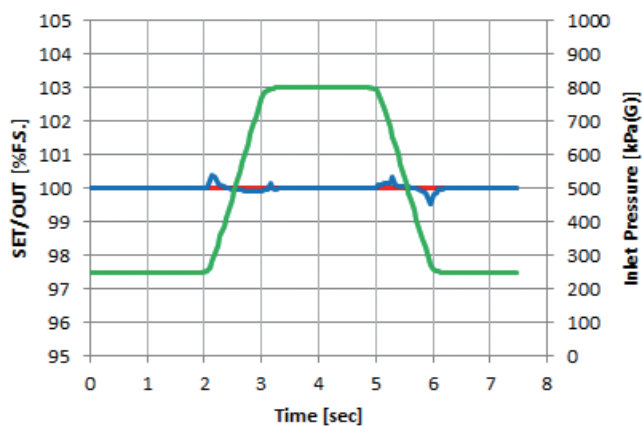


Figure 6 一次側圧力変動に対する流量出力挙動 (窒素ガス フルスケール160SCCM)

圧力変動特性

従来の一般的なサーマル式のMFCは上流側の圧力変動に対する影響を受けやすい。そのため、従来のガス供給システムでは圧力調整器を用いることで他のガスラインからの圧力変動の影響を低減しているが、ガスボックスの複雑化・サイズ及び重量アップに繋がる。DZ-100は流量計測部をコントロールバルブの下流側に設置されているため、供給圧力変動による影響は受けにくい上に、変動を緩和できる新開発の制御アルゴリズムを導入したことにより、安定した流量制御を実現している。Figure 6にDZ-100への圧力変動に対する流量出力の挙動を示す。大きな圧力変動下でも、流量設定値に対して±1%以下の影響に収まる。そのため圧力調整器の無いガス供給系においても使用可能である。

マルチガス制御

従来のガスボックスにおいては、窒素ガス等のパージガスを除き、ガス種とMFCは1対1の関係であった(Figure 7)。

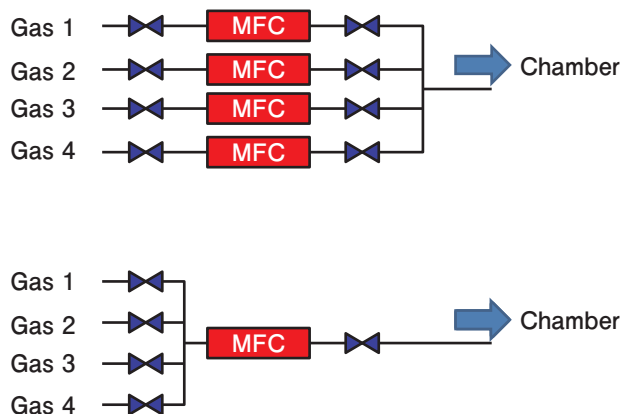


Figure 7 (上)従来のガス供給ライン (下)マルチガス制御のガス供給ライン

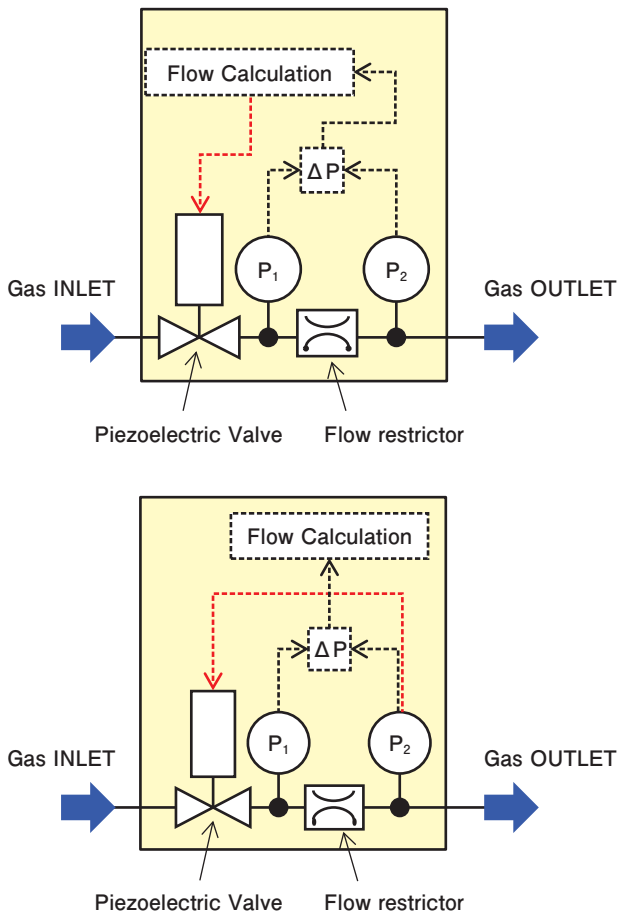


Figure 8 (上)DZ-100 (下)10mm幅PCVの概略図

DZ-100においては、各ガス種に対応した数十種類のガスデータを出荷時に予めインストールし、装置側で任意のガスデータに切り替えることを可能にしている。Figure 7のように、複数種類(最大30種類)のガスを1台のMFCで制御することで、よりいっそうのMFCの集約化及びガスボックスの小型化が可能となる。

DZ-100の技術を用いた応用製品

DZ-100で培った技術の応用例に関して紹介する。プラズマCVD装置やエッチング装置などのプラズマプロセス中のウェハ裏面部の温度制御用に、当社ではGR-300シリーズをラインナップしている。ウェハを積載するチャンパーにヘリウムガスなどのクリーニングガスの流路を設け、ウェハ裏面部の圧力制御システムに用いられている。Figure 8にDZ-100と10 mm幅圧力制御機器(以下PCV)の概略図を示す。PCVはリストリクタ後段の圧力を制御し、またMFC同様にリストリクタ前段・後段の差圧を流量変換することで、流量モニタリングも可能としている。Figure 9に10 mm幅PCVの応答波形を示す。応答速度は約1秒であり、薄型サイズではあるが、GR-300と同等の機能を有している。ガス供給システム同様に、プロセスチャンパー近傍のPCV搭載スペースは限られており、10 mm幅PCVを用いることでスペースの有効活用が可能となる。

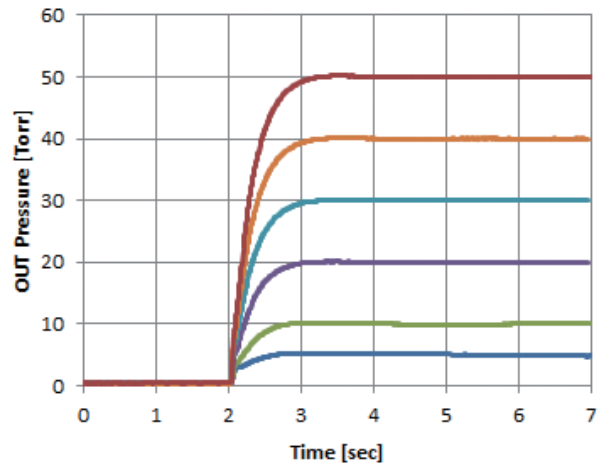


Figure 9 10 mm幅PCVの立ち上がり応答速度(ヘリウムガス)

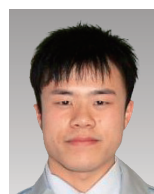
おわりに

従来製品とは異なる機器構成を採用し、ハード構成や電気設計を突き詰めることで、サイズ縮小に伴う製品性能の劣化を伴うことなく、10mm幅サイズのMFCを開発することが出来た。また10 mm幅という利点を生かした新たなMFCの使用方法が提案出来るようになり、顧客での装置設計の可能性を広げることとなった。

今後はDZ-100を用いた新たなガス供給システムの提案や、DZ-100で培った技術を他製品にも展開し、ガス供給システム全体のトータルソリューションを提案していきたいと考えている。

参考文献

- [1] 安田忠弘, “超薄型MFCの開発” *Readout*, 41, 39(2013)
- [2] 赤土和也, “最先端プロセスを支える技術CRITERION D500シリーズ”, *Readout*, 43, 53(2014)



長澤 政幸

Masayuki NAGASAWA

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計1部
Development Design Dept.1
HORIBA STEC, Co., Ltd.

標準物質校正システムを用いた国際単位系にトレーサブルな有機混合標準物質の迅速な供給方法の確立と応用

Establishment and Application of Rapid Supply Method for SI-traceable Organic Standard Materials Using Standard Materials Calibration System

佐々木 智啓

Tomohiro SASAKI

渡邊 卓朗

Takuro WATANABE

井原 俊英

Toshihide IHARA

芳村 智孝

Tomotaka YOSHIMURA

鳴上 翔士

Shoji NARUKAMI

分析値の国際的な整合性を得るために国際単位系へのトレーサビリティ確保は必須だが、有機混合標準物質の濃度の多くはトレーサビリティが確保されていない。今回、産業技術総合研究所と共同研究を行い、GC分析により限られた標準物質から素早く簡単にSI-トレーサビリティの確保を行う手法を検討し、有機混合標準を迅速に供給するシステムを確立したので報告する。

In order to ensure international consistency of analytical values, it is necessary to assure metrological traceability to international system of units (SI), whereas most of organic standard materials are not assured SI-traceability.

New system, Standard Materials Calibration System, was developed in collaboration with HORIBA STEC Co., Ltd. and National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST). In this report, we studied new determination method which was easy and quick to assure SI-traceability to various analytes using this system.

はじめに

有機化合物の定量には数多くの分析装置が使われているが、その1つにガスクロマトグラフ(GC)を用いる手法がある。GCは多種類の化学物質を分離して一回の分析で同時に定量できる機能を有している。一方で、化学物質1つ1つは性質が異なることからGCの検出器での感度も化学物質ごとに異なる。そのため、定量結果の信頼性を確保するためには化学物質1つ1つに対して検出器の感度の校正を行う必要がある。

分析機器の校正を行う際には、地球上のどこで、誰が、いつ校正を行っても普遍性のあることが求められる。この要求に対しては、国際単位系(SI)へのトレーサビリティ(SIトレーサビリティ)の確保された標準物質を用いて機器の校正を行うことで実現する。実際に、国際規格(試験及び校正を行う試験所の能力に関する一般要求事項: ISO/IEC 17025^[1, 2])としてSIトレーサビリティが挙げられている。また、日本工業規格(JIS)では、分析法や分析装置に関して、SIトレーサビリティの確保された標準物質を用いて分析機器の校正を行うことが記載されており、得られた分析値を計量証明に用いる場合はSIトレーサビリティがとれていることが望ましいと記載されている^[3]。

しかし、化学物質の数は膨大であるため多種多様な分析の

要求に対して化学物質1つ1つに対してSIトレーサブルな標準物質を用意することは現実的ではない。この理由として、種類が膨大ということに加えて、標準物質の生産には多くの技術的課題が存在するためである^[4, 5]。課題の詳細については文献を参照頂きたいが、技術・手間・費用を要することや、そもそも入手が困難なこと等が理由として挙げられる。

課題の解決方法

これらの課題の解決を目的とした研究が国立研究開発法人産業技術総合研究所(以下、産総研)で行われ、多種類の測定対象の化学物質からなる有機混合液、もしくは、有機混合ガスに対して、測定対象の化学物質毎に標準物質を必要としないで直接SIトレーサブルな値付けを行う手法が世界で初めて実現した^[4-8]。今回、産総研と共同で上記手法を実現する製品である標準物質校正システム(型式: TE-1000)を開発した。装置の詳細については既報^[9]を参照頂きたい。

測定方法

測定は、Figure 1の手順で行う。

Figure 1に記載されている順に詳細を以下で説明する。

①質量比混合法を用いた校正用混合標準物質の調製

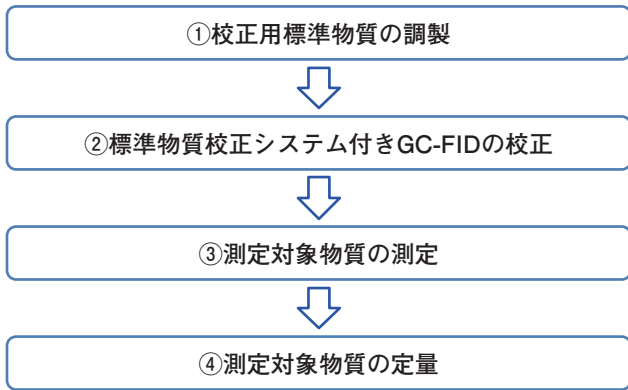


Figure 1 Analysis procedure using Standard Materials Calibration System

校正用混合標準物質を調製するためには質量と純度のSIトレーサビリティが確保されている必要がある。市販されている試薬の純度は%で記載されていることが多いが、それら市販品のほとんどは純度が面積百分率で表示されており、SI単位ではない。そこで、SIトレーサビリティが確保された高純度物質を用いた質量比混合法での校正用混合標準物質の調製方法をFigure 2で説明する。

Figure 2では標準物質A, B, Cを溶媒へ溶解する。この例で標準物質Aの濃度 (mol/kg) を求めるためにはFigure 2記載の計算式で算出するが、物質Aの質量 (kg) とモル質量 (kg/mol) と純度 (kg/kg) の3つの値が必要であることが分かる。

標準物質は産総研から頒布されている認証標準物質 (NMIJ CRM) 等を用いることで純度のSIトレーサビリティを確保する。調製する際に用いる電子天秤は、JCSS校正証明書付き分銅を用いた校正を行うことで質量のSIトレーサビリティを確保する。このように質量と純度の

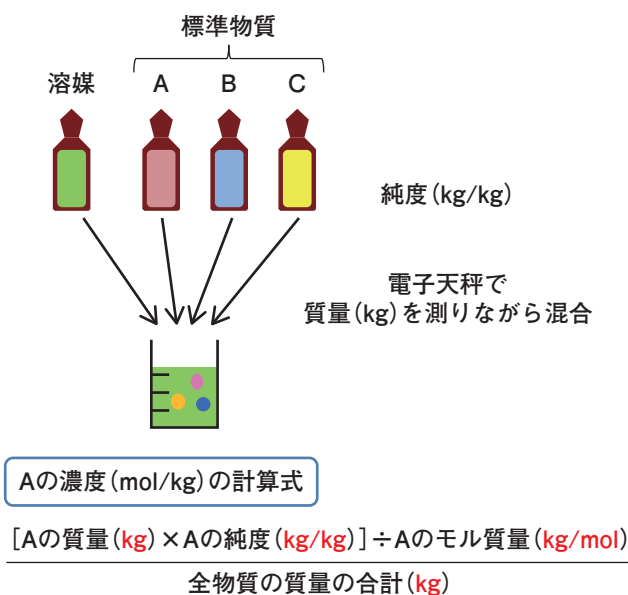


Figure 2 Preparation procedure of mixed standard material for calibration

SIトレーサビリティを確保した上で、3成分以上の標準物質を質量比混合法で正確に調製し、校正用混合標準物質を用意する。

②標準物質校正システム付きGC-FID*1の校正
校正用混合標準物質を用いて標準物質校正システム付きGC-FIDで分析する。横軸をCH₄(メタン)換算濃度、縦軸をGCの面積値とした検量線を作成する。

③測定対象物質を標準物質校正システム付きGC-FIDで分析する。

④②の検量線を用いて各測定対象物質の面積値からそれぞれのCH₄換算濃度を算出する。CH₄換算濃度を各測定対象物質の炭素数で割ることで濃度を算出する。

*1 : FID (Flame Ionization Detector) : 水素炎イオン化検出器

標準物質と測定対象物質

今回は標準物質としてデカン (C10)、ドデカン (C12)、ペンタデカン (C14)、ヘキサデカン (C16) を用いた。これらは、産総研の計量標準総合センターと委託研究契約を交わして、凝固点降下法によるSIトレーサブルな純度評価 (質量分率) を行い、Table 1の純度 (質量分率) と不確かさの値を得た。

測定対象物質は、香料や食品分野等で使用されているγ-テルピネン、ゲラニオール、デカン酸メチル、β-カリオフィレンを用意した。Table 1の標準物質と測定対象の化学物質を同一のヘキサン溶媒に溶解させた。混合後の標準物質の濃度と不確かさの値をTable 2に記載する。

Table 1 Results of purity evaluation (mass fraction) at AIST

物質名	記号	純度		モル質量 ^[12]	
		中心値	標準不確かさ (k=1)	中心値	標準不確かさ (k=1)
		kg/kg	kg/kg	g/mol	g/mol
デカン	C10	0.998	0.002	142.282	0.005
ドデカン	C12	0.996	0.003	170.335	0.006
テトラデカン	C14	0.995	0.005	198.388	0.007
ヘキサデカン	C16	0.997	0.003	226.441	0.008

Table 2 Concentration and uncertainty value of mixed standard material

物質名	記号	濃度	
		中心値	標準不確かさ (k=1)
		kg/kg	kg/kg
デカン	C10	92.596	0.189
ドデカン	C12	11.906	0.038
テトラデカン	C14	38.387	0.175
ヘキサデカン	C16	68.023	0.173

装置

ガスクロマトグラフは、クールオンカラム注入口及びオートインジェクタを搭載したFID付きガスクロマトグラフ6890型(アジレント社)を使用した。キャピラリーカラムは、DB-5(長さ30 m, 内径0.53 mm, 膜厚1.0 μm , アジレント社)を用いた。キャピラリーカラムと検出器の間に標準物質校正システムTE-1000型(堀場エステック社)を取り付けて使用した。FIDとTE-1000へ供給する水素は、水素発生器OPGU-7200型(堀場エステック社)で発生したガスを使用した。

測定条件

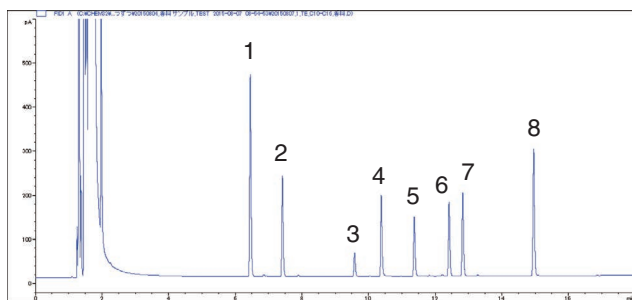
キャリアガスにはヘリウムを用い、注入口の圧力を70 kPa一定としてキャピラリーカラムへ供給した。クールオンカラムの昇温条件は、初期温度40 $^{\circ}\text{C}$ (0.5 min) \rightarrow 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 285 $^{\circ}\text{C}$ (30 min), オープンの昇温条件は、初期温度35 $^{\circ}\text{C}$ (0.5 min) \rightarrow 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 280 $^{\circ}\text{C}$ (30 min)とした。FIDの温度は300 $^{\circ}\text{C}$, 水素30 mL/min, 高純度空気400 mL/min, メイクアップガス(窒素)25 mL/minとした。TE-1000での酸化反応用ガスとして高純度空気を2 mL/min, 還元反応用ガスとして水素を6 mL/minで供給した。試料は0.1 μL を注入し、同じ試料を6回繰り返し測定した。

実験

標準物質と測定対象物質の混合液のクロマトグラムをFigure 3に示す。

標準物質と測定対象物質の完全分離が確認できた。標準物質C10, C12, C14, C16の各ピーク面積とTable 2の濃度を用いてFigure 4の検量線を得た。

検量線はISO 6143^[10]の記載に従いDemingの最小二乗法^[11]を用いて作成した。検量線の直線性を検定するため、Goodness-of-fitパラメーターを求めたところ2未満であった。この結果からFigure 4の検量線の直線性を確認できた。



1: デカン (C10), 2: γ -テルピネン, 3: ドデカン (C12), 4: ゲラニオール, 5: デカン酸メチル, 6: テトラデカン (C14), 7: β -カリオフィレン, 8: ヘキサデカン (C16)

Figure 3 Chromatogram of standard materials and analytes

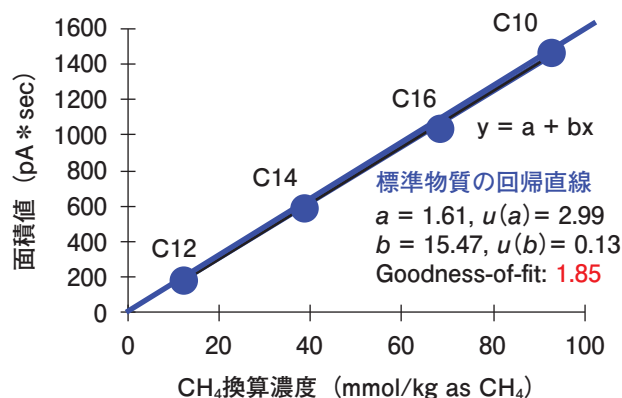


Figure 4 Calibration curve of standard material

Table 3 Quantitative result of analytes

測定対象化合物	濃度	
	中心値 mmol/kg as CH ₄	標準不確かさ (k=1) mmol/kg as CH ₄
γ -テルピネン	47.3	0.7
ゲラニオール	41.3	0.7
デカン酸メチル	30.6	0.5
β -カリオフィレン	43.0	0.7

Figure 4の検量線を用いて測定対象物質の濃度を算出する。Figure 3の各測定対象物質のクロマトグラムの面積とFigure 4の検量線からメタン換算濃度を算出する。定量結果をTable 3に示す。

このように、測定対象物質の各成分の純度評価を行うことなく、混合した後に各濃度と不確かさの値を得ることができた。すなわち本手法では、測定対象物質毎に標準物質は必要なく測定対象物質とは全く異なる物質から濃度と不確かさの値を付与できることとなる。

ここで得た γ -テルピネン、ゲラニオール、デカン酸メチル、 β -カリオフィレンの濃度と不確かさのSIトレーサビリティは確保できているので、この混合液を用いてさらに別の成分に値付けすることでSIへのトレーサビリティのとれた成分群を迅速に拡張することができる。

おわりに

標準物質と測定対象物質が同一の溶媒に溶解している混合液に関して、標準物質校正システムを用いて、測定対象物質に濃度と不確かさの値を付与できた。従来のGC-FIDのみの手法で正確に濃度値を付与する場合、測定対象物質と同じ標準物質を用意する必要があった。これに対して、標準物質校正システムを用いた手法では測定対象物質とは全く異なる物質から濃度と不確かさの値を付与できることが示された。このシステムを使用することでSIにトレーサブル

な有機混合標準物質を迅速に供給できることが示された。ユーザー自身でトレーサビリティを確保し拡張できる世界初のシステムである。検量線を検定した結果、直線性が良好であることから実測定では1つの標準液から濃度と不確かさの値を決定できることも期待できる。

今後は有機混合液だけでなく、有機混合ガスへの拡張例も充実させる予定である。

このシステムを利用してSIにトレーサブルな有機標準物質が拡張し定量分析に利用されることで分析値の信頼性が確保されることを期待している。

参考文献

- [1] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, Second ed.(2005)
- [2] JIS Q 17025, 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項 (2005)
- [3] JIS K 0114, ガスクロマトグラフィー通則(2012)
- [4] 渡邊卓朗：産総研TODAY 2007-01
- [5] 渡邊卓朗, 加藤健次, 松本信洋, 前田恒昭：分析化学(Bunseki Kagaku), **62**, 183(2013)
- [6] T. Watanabe, K. Kato, N. Matsumoto, T. Maeda: *Chromatography*, **27**, 49-55(2006)
- [7] T. Watanabe, K. Kato, N. Matsumoto, T. Maeda: *Talanta*, **72**, 1655-1658(2007)
- [8] T. Watanabe, K. Kato, K. Tsunoda, T. Maeda: *Anal. Chim. Acta.*, **619**, 26-29(2008)
- [9] 佐々木智啓, 渡邊卓朗, 芳村智孝, 鳴上翔士 *Readout*, **45**, 62 (2015)
- [10] ISO 6143, "Gas analysis - Comparison methods for determining and checking the comparison of calibration gas mixtures", Second ed.,(2001)
- [11] W. E. Deming: "Statistical Adjustment of Data", First ed.,(1943), (Wiley, New York)
- [12] M. E. Wieser, M. Berglund, *Pure Appl. Chem.*, **81**, 2131-2156 (2009)



佐々木 智啓

Tomohiro SASAKI

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計3部
Development Design Dept. 3
HORIBA STEC, Co., Ltd.



渡邊 卓朗

Takuro WATANABE

国立研究開発法人産業技術総合研究所
博士(工学)
National Institute of
Advanced Industrial Science and Technology (AIST)
Ph. D.



井原 俊英

Toshihide IHARA

国立研究開発法人産業技術総合研究所
博士(工学)
National Institute of
Advanced Industrial Science and Technology (AIST)
Ph. D.



芳村 智孝

Tomotaka YOSHIMURA

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計3部
Development Design Dept. 3
HORIBA STEC, Co., Ltd.



鳴上 翔士

Shoji NARUKAMI

株式会社 堀場エステック
開発本部 開発設計3部
Development Design Dept. 3
HORIBA STEC, Co., Ltd.

「ほんまもん」の経験価値を提供する プロダクトデザインを目指して

Our Product Design Approach to Generate Premium Value for
User and Employee Experience

米澤 俵介

Hyosuke YONEZAWA

堀場製作所の製品の多くはプロフェッショナル向けのBtoB用途である。しかしながらデザインにこだわりをもって重視してきた。「デザインは優れた製品に欠かせない機能である」と考え、デザインはお客様が実感できる品質の根幹である『お客様の経験価値：ユーザーエクスペリエンス (User Experience/UX)』を生み出すと考えてきたからだ。またデザインへのこだわりは、従業員としての経験価値である「エンプロイーエクスペリエンス (Employee Experience/EX)」の向上にもつながると考えて推進してきた。本稿ではHORIBAグループにおいて様々な部門が連携し推進しているプロダクトデザインのアプローチと目指す姿について紹介する。

Most of HORIBA's products are the B2B products which are focused on professional use. However we have placed emphasis on product design and placed much value for it. We think "Design is the essential function for the excellent products." It generates User Experience which gives the real feeling of quality. Furthermore, we think our design approach as the way to increase better Employee Experience. In this literature, I introduce HORIBA group's product design approach which cooperation with many section and our goal in product design.

はじめに

私たち堀場製作所の製品の多くはプロフェッショナル向けのBtoB（企業間取引）用途の分析計測機器である。一般の人々の生活において目に触れることは稀で「見た目だけで売れる製品」ではない。しかしながら「デザインとはお客様が実感できる品質の根幹である経験価値『ユーザーエクスペリエンス』(User Experience/UX)を提供する重要な手段」と考えて、HORIBAブランド製品のプロダクトデザインにこだわりを持ち重視してきた。

UXに関しては様々な定義があるが、本稿ではUXを「お客様の体験を総合的に捉えて人間の感性や感情を考慮すること、製品やサービスを購入する前から、購入して利用し、利用した後までの時間の経過とあらゆるタッチポイントにおける一連の流れを通じて得られる経験や満足」と定義する^[1]。

私たちのプロダクトデザイン部門は2003年に広報デザイン部署から独立発足した。基礎研究部門の管掌を経て、現在はコーポレートコミュニケーション室の管掌でプロダクト

デザインと製品プロモーションをシームレスに行い、お客様にUXをトータルに提供する体制を取っている。当初からプロダクトデザインを単なる「色やカタチのデザイン」ではなく、試料の前処理や測定結果のわかりやすいレポート作成なども含めた「分析に関わる根本的な問題を解決するデザイン」として考え、この結果国内外のデザイン賞を例年受賞している。これらの受賞に結実したデザインのクオリティーとアイデンティティーを踏まえて、BtoBの分析計測機器メーカーにおいてプロダクトデザインが重要な経営資源のひとつとして重視されていることは大変意義深く考えている。

UXを含む商品力の向上は製品やサービスに関わるあらゆる部門の製品の開発設計、事業戦略、営業、生産、知的財産部門など多くの関係者のチームワークによって達成されたものである。協働で創り上げた製品に誇りを持ち、達成感を喜び合えることで、やりがいやモチベーションという製品に関わったメンバーの従業員としての経験価値「エンプロイーエクスペリエンス」(Employee Experience/EX)の向上にもつながっている。EXが重要である理由は、お客様へのUXを生むにはそれを実行し実現するための人財や組

織のパフォーマンスを最大限にするモチベーションが必要で、UXとEXは表裏一体で相乗するからである^[2]。

本稿では、私たち堀場製作所が様々な部門との連携の下に推進しているプロダクトデザインのアプローチと目指す姿について紹介する。

プロダクトデザインとは何か

当社創業者の堀場雅夫はこのように語っている。「『ほんもの』は、正しく偽物でない。『ほんまもん』はその正しさに加えて何かがある。それは一流で人に感動を与えられるものである」^[3]

即ち「ほんまもん」とは「お客様の五感に対する細やかな心くばりに基づくUXの具現化そのもの」と考えている。性能や品質が優れているだけではなく人真似ではない独創性のあるオンリーワンであることは不可避で、プロダクトデザインも「ほんまもの経験価値」をお客様に実感いただくために不可欠な要素である。

ここで「プロダクトデザイン」とはどのようなデザインを指すのかについて述べたい。

近代日本では“design”を日本語に置換する際に「意匠」と訳し「より美しく、より使い心地の良い外観の探求」と定義され、以降日本では永らく「デザインとは外観を美しくすること、デザイナーの仕事は色や形を整えること」と理解されてきたようにも思われる。しかし今やこれらはデザインが果たす使命の一部に過ぎず「狭義のデザイン」とも呼ばれている。では、本来の「デザイン」の意味を表す適切な日本語訳、言い換えれば「広義のデザイン」とはどのようなものだろうか。

デザインという言葉の語源はラテン語の「デジナール（designare）」で「計画を記号に表す」という意味と言われている。「顕在化していない問題を見つけ出して可視化し、解決する計画を立ててわかりやすく表現し、伝え方をプロデュースすること」であるとも言える^[4]。この定義は「キャリアデザイン」「組織デザイン」など様々な領域でのデザインの概念にも合致する。

これからのプロダクトデザイナーにとって重要なことは、製品に関わる全てのメンバーと必要要件を解決するための方針を共有し「問題を解決する」という視点からソリューションを創出することである。例えば、椅子のデザインであれば椅子そのものをデザインするのではなくその環境における「座る行為」をデザインする、さらには「椅子をデザインしなくても座る行為に関わる根本的な問題を解決するデザインができるかもしれない」と考えて新たな発想によ

るUXを創出することである^[5]。

デザインの力と使命

デザインは「人の行動や考えを変える力」を持っている。

車載型排ガス分析装置「OBS-ONEシリーズ」はグッドデザイン賞と共に「第46回機械工業デザイン賞」の最優秀賞「経済産業大臣賞」を受賞した^[6]。実路走行での排ガス測定PEMS (Portable Emission Measurement System) に最適なシステムや搭載性、安全性などを考慮した試験車両に搭載する排ガス計測システムで、実際に路上走行している自動車からの排ガス(CO (一酸化炭素), NO_x (窒素酸化物), PM (粒子状物質) などの質量が測定できる。一旦は基本設計が完了したものの「従来の延長線に留まっているのではないか」と開発設計者が原点に戻って知恵を出し合った。開発コンセプトも再度検討した結果、“Compact & Flexible”, 「小型・計量で、法規制要求に柔軟に対応できるモジュール設計」, “Easy Setup” 「本体前面から工具レスで車両に簡単セッティング」, “User Friendly Operation” 「ドライバー、オペレータの心理を考えた対話型オペレーション」と設定した。

設定したコンセプトに基づき、構造体であるアルミフレームには握りやすいハンドル機能も複合化して作業者が運搬しやすくした。装置前面の配管・配線を削減すると共に、フレームには配管や配線の保護機能と共に複数の構成ユニット同士を容易に締結する機能を持たせ、フロントアクセスとクイックコネクタの採用などで工具を使うことなく車載の作業性と操作性を向上させ搭載時間の短縮を図った。フレーム角部には丸みを付けて座席面への搭載に配慮し、シートベルトでも簡単な固定を可能にした。ソフトウェアでは複雑なレギュレーションの常時対応や実路試験とデータ解析を効率的に行えるワークフローの構築などにも腐心した。

USBフラッシュメモリーの考案者として知られるアメリカのデザインコンサルティング会社Ziba Designのフェロー



Figure 1 車載型排ガス分析装置「OBS-ONEシリーズ」



Figure 2 OBS-ONEシリーズの製品化および「第46回 機械工業デザイン賞」経済産業大臣賞受賞に関わったメンバー

であるビジネスデザイナーの濱口秀司氏はイノベーションの要件として「見たことや聞いたことがない」、「実行可能である」、「議論を生む」の3つを挙げている*1。従来の延長ではないイノベーションにも通じるデザインマインドを開発設計者達が発揮し、生みの苦しみを共有したハードウェアとソフトウェアを高い次元で融合したデザインは高く評価され、最優秀賞の栄誉に結実した。成就したデザインと受賞を受けて「今後もこの姿勢を忘れず『ほんまもん』を生み出していきたい」との声も聞かれた。

*1：濱口秀司氏の「イノベーション」に関する記述は、筆者が氏の講演を聴講した際に書き留めた内容に基づく

グッドデザイン賞や機械工業デザイン賞、iF product design award, German Design Awardなど国内外の受賞に輝いたポータブルガス分析計「PG-300シリーズ」では過酷な現場で使われるためのあるべき姿を考えた。現場観察やインタビューから「より軽く、より堅牢」という要求とユーザーの分析業務への誇りと使命を強く実感した。そこで彼らの熱いおもいに応えるデザインコンセプト「頭脳明晰なパートナー」として「一緒に現場に行きたくなるデザイン」を目指した。デザインキーワード“Tough & Light”を具体化し、側面と角部の樹脂プロテクションガードの装備で運搬時や使用時の衝撃から保護した^[7]。上市后、営業担当者からは「お客様が大切に扱うようになった」という声が聞かれた。お客様は従来機種(PG-200シリーズ)よりもアップグレードした装置と認識し、プロテクションガードの装着にも関わらず「衝撃を与えても大丈夫」ではなく「大切に



Figure 3 ポータブルガス分析計「PG-300シリーズ」(左)と従来機種「PG-200シリーズ」(右)

扱わなければいけない」と自らの行動を変えたというのだ。この製品は2014年には過去最高の売上を達成し、新市場として狙うアジア市場では従来モデル比約5倍の売上となった。

また、デザインは製品に関わるステークホルダーすべてのためにある。お客様の経験価値(UX)や顧客満足(Customer Satisfaction/CS)と共に従業員としての経験価値(EX)と満足(Employee Satisfaction/ES)も重要である。優れたデザインはお客様に「買ってよかった」「仕事のパートナーとして信頼できる」と思ってもらえたと同時に開発設計者や営業担当者などに自らの製品に「ほんまもん」の自信と誇りを抱かせてモチベーションを向上させる。第三者からの評価はEXとESにおいても意義がある。

環境の水質を測定する自動COD測定装置「CODA-500シリーズ」は当初従来機種(CODA-210シリーズ)同様に機能優先のシンプルなデザインで開発が進められていた。しかし製品企画会議における「営業が自信を持ってお客様にお勧めできるデザインにして欲しい。スペックと価格でしか商品力を訴求できない陳腐なデザインにしないでくれ」という営業責任者の発言により、製品企画の方針は修正された。デザインコンセプト「澄んだ水」で新たにデザインされ、地球環境保全に貢献する使命を果たすアイデンティティをたたえる製品となった。上市后、あるサービスマンが業務報告に「お客様から『CODAのデザインは素晴らしい』と高評価頂けた。自分のことの様に誇らしい」と書き添えた。営業担当者からは「殺風景とも言える水質計測の現場に行った時に、装置のHORIBAブルーが目に入ると安心しますね」という声も寄せられた。この製品は2013年にはモデルチェンジ前の2.5倍以上となる過去最高の販売台数を達成した。



Figure 4 自動COD測定装置「CODA-500シリーズ」(左)と従来機種「CODA-210シリーズ」(右)

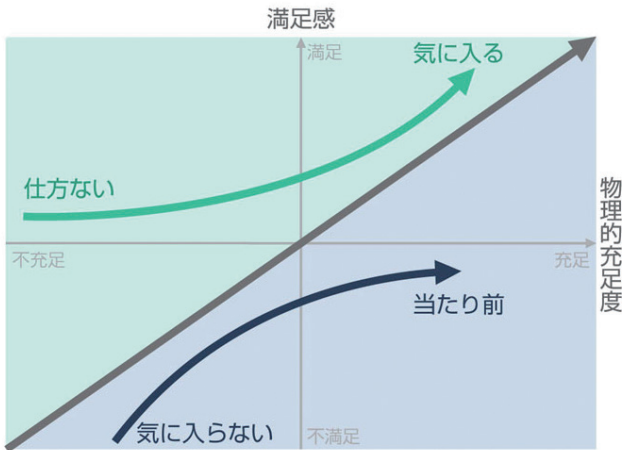


Figure 5 狩野モデル(狩野紀昭)^[1]

お客様が実感する品質としてのデザイン

デザインはお客様が実感できる品質の実現手段のひとつでもある。品質をモデル化した東京理科大学名誉教授 狩野紀昭氏が提唱した「狩野モデル」では「客観的側面」としての『物理的充足状況』と「主観的側面」としての『満足度』を直行軸とし「魅力的品質」, 「当たり前品質」, 「一元的品質」を定義している^[1]。

冒頭に記したUXの定義の通りお客様のあらゆるタッチポイントにおける上記3つの品質をバランスよく高めると同時に、プロダクトデザインが特に貢献する魅力的品質を向上させてお客様が愛着を持って使い続けたいくなる満足を超えたUXの創出をあらゆる部門と連携してデザイン面で牽引することもインハウスのプロダクトデザイン部門の役割である。プロダクトデザイナーが秩序あるスイッチの配置、文字のフォントや大きさの統一など、細部までの精緻感や設え、一貫性を主張すると、一部の開発設計者は「そこまでこだわる必要はあるか」と感じるかもしれない。しかし、細部までのこだわりが製品コンセプトの一貫性には重要で、お客様が実感するUXを構築する。品質工学の領域でも「まず理想はどうあるべきかを考える」ことで、全体を考えた最適条件につなげようとする^[8]。同時に奇をてらった新規性の追求ではなく、真のUXにつながる「不易流行」に留意し「変えることと変えないこと」の熟考も重要である。そしてEXに基づくモチベーションを持って製品に関わる全て

Table1 狩野モデルで定義される3つの品質^[1]

魅力的品質	充足されれば満足するが、不十分でも仕方ないと受け取られる品質。スマートフォンでは「音楽をいい音で聴ける」「今までにないアプリが使える」「非常に薄い」などが該当。
当たり前品質	充足されても当たり前と受け取られるが、不充足であれば不満を引き起こす品質。スマートフォンでは基本機能の「電話を掛けられる」「メールを受け取れる」「インターネットに接続できる」「安全性」などが該当。
一元的品質	古典的な考え方に基づき技術的進化に依存する、充足されれば満足、不充足であれば不満を引き起こす品質。スマートフォンでは「電池寿命」「重さ」「CPU処理速度」などが該当。桁違いの性能ならば魅力的品質にもなる。

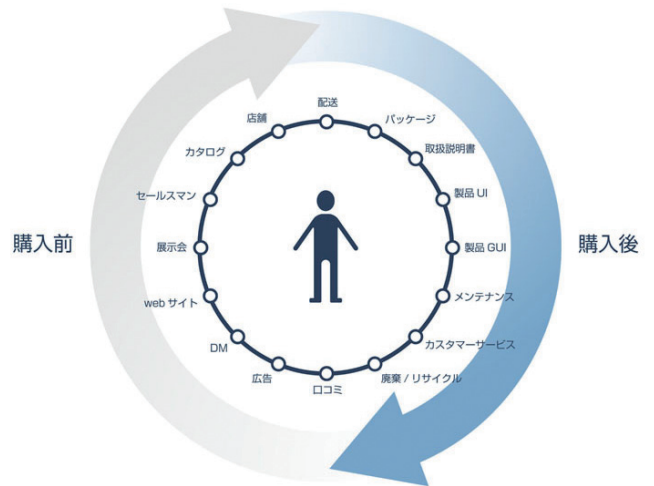


Figure 6 製品や関連するサービスと、お客様のタッチポイントの概念図

のメンバーがそれぞれの専門分野を活かしたデザイナーとして製品を作り上げる意義を理解できるように共有することもインハウスのプロダクトデザイナーの役割である。同時にIoTやAIなどの技術トレンド、様々な学究界への参画などデザイン以外の分野における専門性も高めて独創性のあるデザインを創出することが重要と考えている。

おわりに

「顧客満足を目指してはいけない」との提唱がある。CSが不要という意ではない。「演劇や映画を作るスタッフは『今回の公演/映画では顧客満足を目指そう』とは考えない。満足以上の感動、熱い思いや強烈なメッセージなどを創り出そうとする。ビジネスの世界では何故か『顧客満足』になるが、満足を目指すか圧倒的な感動を目指すかによる結果の差は歴然」という論拠である^[9]。

当社の「第一号エンジニア」である創業者が開発した創業製品のpHメーターにはその生い立ちから「今回の新機種はどの点が世界一で、どこに独自性と先進性があるのか」を常に求められる使命がある。1980年代にはフルカラー蛍光表示の採用、1990年代には無線コードレス電極の採用、2000年代にはフルカラーのグラフィック液晶表示部によるナビゲーション機能の搭載など、常に時代の一步先を行く「何か」を採用してきた。

最新の「LAQUA F-70シリーズ」では現場観察やユーザーインタビューなどから導き出したデザインコンセプト「CLEAN-CLEAR-COMFORT」「清潔で、わかりやすく、快適な測定」を実現するガラストップの静電容量式タッチパネルLCDを搭載したわかりやすく使いやすいユーザーインターフェースの採用などpHメーターの常識を超えた進化を図った^[7]。この製品はグッドデザイン賞とuniversal design awardを受賞した。

デザインすることは楽しいこと。自分達のクリエイティビティを活かせるから。自分達の提案が実現するのはうれしいし、お客様に喜んでいただくとさらにうれしいなる^[10]。UXとEXは表裏一体で相乗する。BtoBの分析計測機器メーカーである私たちはお客様が真に実感できる品質としての経験価値：UXを創出するための重要な技術のひとつである「ほんまもん」のプロダクトデザインを使命とし、一流で人に感動を与えられるさらに一歩先を見据えたデザインをこれからも追求する。



Figure 7 実験室用pHメーター LAQUA F-70シリーズ

Table 2 近年の主なデザイン受賞賞歴

製品名	製品名	受賞名
自動血球計数CRP測定装置	Microsemi LC-767CRP	iF DESIGN AWARD 2016, 2015年度グッドデザイン賞
車載型排ガス計測システム	OBS-ONEシリーズ	第46回機械工業デザイン賞 最優秀賞 経済産業大臣賞(2016年), 2015年度グッドデザイン賞
コンパクト水質計	LAQUAtwin B-700シリーズ	GERMAN DESIGN AWARD 2016 SPECIAL MENTION, universal design award 2014, universal design consumer favorite 2014
クラウド型 総合運行システム	HORIBA FLEET LINKAGE	2014年度グッドデザイン賞
有害元素蛍光X線分析装置	MESA-50	第44回機械工業デザイン賞 審査委員会特別賞(2014年), 2013年度グッドデザイン賞
エンジン排ガス測定装置	MEXA-ONE	第43回機械工業デザイン賞 審査委員会特別賞(2013年)
統合計測プラットフォーム	HORIBA ONE PLATFORM	第43回機械工業デザイン賞 審査委員会特別賞(2013年), 2012年度グッドデザイン賞
デジタルタコグラフ	DRT-7000シリーズ	2013年度グッドデザイン賞
卓上型pH・水質計	LAQUA F-70/DS-70シリーズ	GERMAN DESIGN AWARD 2016 NOMINEE, universal design award 2014, 2012年度グッドデザイン賞
ポータブルガス分析計	PG-300シリーズ	GERMAN DESIGN AWARD 2015 SPECIAL MENTION, iF DESIGN AWARD 2014, 第42回機械工業デザイン賞 審査委員会特別賞(2012年), 2011年度グッドデザイン賞
防爆型プロセス用ガス分析計	51シリーズ	2010年度グッドデザイン賞
グルコース分析装置	アントセンス ロゼ	2009年度グッドデザイン賞
マルチ水質チェッカ	U-50	2009年度グッドデザイン賞

参考文献

- [1] HCDライブラリー第0巻 人間中心設計入門 山崎和彦, 松原幸行, 竹内公啓著 現代科学社刊(2016)
- [2] 「メーカーにとってUXが重要」と言われる3つの理由 山崎和彦 宣伝会議2016年7月号 宣伝会議刊
- [3] 関西学院大学国際学部・国際学研究科 2013年10月28日 堀場雅夫講演抄録(http://www.kwansei.ac.jp/s_is/news/2013/news_20131101_008519.html : 2016/09/29)
- [4] 問題解決に効く「行為のデザイン」思考法 村田智明著 CCCメディアハウス刊(2015)
- [5] Editor's Eye/ニュース&トレンド 今こそ「より少なく, しかしより良いもの」が問われる 日経デザイン 2016年7月号 日経BP社刊
- [6] 日刊工業新聞「機械工業デザイン賞」サイト (<http://corp.nikkan.co.jp/p/honoring/kikaikogyodesignshou>, および, http://www.nikkan.co.jp/space_pdfs/index/0032369 : 2016/09/29)
- [7] “BtoB No.1のデザインを目指して” *Readout*, 40, 109(2013)
- [8] 技術にも品質がある 長谷部光雄著 日本規格協会刊(2006)
- [9] マーケティングコンサルタント藤村正宏ブログ Experience Marketing (<https://www.ex-ma.com/blog/archives/2672> : 2016/09/29)
- [10] 変化の時代, 今こそものづくりの原点へ 山崎和彦 NICO PRESS 2015年11月号 財団法人にいがた産業創造機構(NICO)刊



米澤 倭介

Hyosuke YONEZAWA

株式会社 堀場製作所 コーポレートコミュニケーション室
 プロダクトデザイン担当マネジャー
 クリエイティブデザインチーム チームリーダー
 Team Leader, Creative Design Team
 Section Manager of Product Design
 HORIBA, Ltd.

HORIBA World-Wide Network

JAPAN

HORIBA, Ltd.
2, Miyanohigashi, Kisshoin, Minami-ku,
Kyoto 601-8510
Phone : (81)75-313-8121 Fax : (81)75-321-8312

Biwako Factory
1-15-1, Noka, Otsu, Shiga 520-0102
Phone : (81) 77-526-7661 Fax : (81) 77-578-7410

HORIBA Advanced Techno Co., Ltd.
31, Miyanonishi Kisshoin, Minami-ku,
Kyoto 601-8306
Phone : (81)75-321-7184 Fax : (81)75-321-7291

HORIBA STEC, Co., Ltd.
11-5, Kamitoba Hokodate, Minami-ku,
Kyoto 601-8116
Phone : (81)75-693-2300 Fax : (81)75-693-2350

Aso Factory
Torikokogyodanchi, 358-11, Koumaibata, Toriko,
Nishihara-mura, Aso-gun, Kumamoto, 861-2401
Phone : (81)96-279-2921 Fax : (81)96-279-3364
Kyoto Fukuchiyama Technology Center
11-1 Ecotopia Miwa Koaza, Miwa, Fukuchiyama
620-1445
Phone : (81) 773-59-2070 Fax : (81) 773-59-2074

HORIBA TECHNO SERVICE Co., Ltd.
2, Miyanohigashi, Kisshoin, Minami-ku,
Kyoto 601-8305
Phone : (81)75-325-5291 Fax : (81)75-315-9972

BRAZIL

HORIBA Instruments Brasil, Ltda.
Rua: Presbitero Plinio Alves de Souza, 645,
Loteamento Polo Multivias Bariro Medeiros,
Jundiá, Sao Paulo 13212-181
Phone : (55)11-2923-5400 Fax : (55)11-2923-5490

MIRA do Brasil Serviços de Engenharia Ltda.
Parque Tecnológico São José dos Campos, Centro
Empresarial II—Sala 2104, Avenida Doutor Altino
Bondensan, No. 500—Distrito de Eugênio de Melo,
CEP: 12247-016—São José dos Campos/SP
Phone : (55)11-96990-6475

TCA/HORIBA Sistema de Testes Automotivos Ltda.
Rua Goiás 191 Vila Oriental, Diadema, Sao Paulo,
09941-690
Phone : (55)11-4224-0200 Fax : (55)11-4227-3133

CANADA

HORIBA Canada, Inc.
Unit102, 5555 North Service Road Burlington,
Ontario, L7L 5H7
Phone : (1)905-335-0234 Fax : (1)905-331-2362
London Office
347 Consortium Court, London, Ontario, N6E 2S8
Phone : (1)519-668-6920 Fax : (1)519-668-8437

U.S.A.

HORIBA International Corporated
9755 Research Drive, Irvine, CA 92618
Phone : (1)949-250-4811 Fax : (1)949-250-0924

HORIBA Instruments Incorporation
9755 Research Drive, Irvine, CA 92618
Phone : (1)949-250-4811 Fax : (1)949-250-0924

Albany Office
Suite 104, 58 Clifton Country Road, Clifton Park, NY
12065
Phone : (1)-518-331-1371

Alvin TX Office
5318 West Farm to Market 517 Road, Alvin, TX 77511
Phone : (1)-281-482-4334 Fax : (1)-281-614-0303

Austin Office
9701 Dessau Road, Suite 605, Austin, TX 78754
Phone : (1)512-836-9560 Fax : (1)512-836-8054

Chicago Office
1725 Roosevelt Road #115, West Chicago, IL
90185
Phone : (1)630-562-2298 Fax : (1)630-562-2324

Edison Office
3880 Park Avenue, Edison, NJ 08820
Phone : (1)732-494-8660 Fax : (1)732-549-5125

Houston Office
240 Spring Hills Drive, Suite 410, Spring, TX 77386
Phone : (1)281-367-7422 Fax : (1)281-367-7423

New Hampshire Office
315 Derry Road, Suite 13 Hudson, NH 03051
Phone : (1)603-886-4167 Fax : (1)603-886-4267

Portland Office
10110 South West Nimbus Avenue, Suite B-11,
Portland, OR 97223
Phone : (1)503-624-9767 Fax : (1)503-968-3236

Reno Office
605 Spice Island Drive, #5, Sparks, NV 89431
Phone : (1)775-358-2332 Fax : (1)775-358-0434

Sunnyvale
430 Indio Way, Sunnyvale, CA 94085
Phone : (1)408-730-4772 Fax : (1)408-730-8975

AnnArbor Facility
5900 Hines Drive, Ann Arbor, MI 48108
Phone : (1)734-213-6555 Fax : (1)734-213-6525
Troy Facility
2890 John R Road, Troy, MI 48083
Phone : (1)248-689-9000 Fax : (1)248-689-8578

MIRA North America Inc.
1400 North Woodward Avenue, Suites 250, Bloomfield
Hills, MI 48304

AUSTRIA

HORIBA (Austria) GmbH
Kaplanstrass 5, A-3430 Tulln
Phone : (43)2272-65225 Fax : (43)2272-65230

BELGIUM

HORIBA Europe GmbH
Antwerp Office
Duwijkstraat 17, 2500 Lier
Phone : (32)3-281-57-92 Fax : (32)3-230-06-95

CZECH REPUBLIC

HORIBA Czech
Prague Office
Prumyslova 1306/7, 10200, Praha 10
Phone : (420)246-039-265
Olomouc Factory
Zeleznicni 512/7, 772 00 Olomouc
Phone : (420)588-118-365 Fax : (420)585-310-725

FRANCE

HORIBA ABX SAS
Parc Euromédecine, rue du Caduce, BP7290, 34184
Montpellier Cedex 4
Phone : 33(0)4-67-14-15-16 Fax : 33(0)4-67-14-15-17

HORIBA France SAS
12, Avenue des Tropiques Hightec Sud, 91955
Les Ulis
Phone : (33)1-69-29-96-23 Fax : (33)1-69-29-95-77

Grenoble Office
BUROCLUB 2 Av de Vignate, Gieres 38610
Phone : (33)4-76-63-49-15 Fax : (33)4-76-54-03-99

HORIBA Jobin Yvon SAS
16-18 rue du Canal, 91165 Longjumeau Cedex
Phone : (33)1-64-54-13-00 Fax : (33)1-69-09-07-21
Villeneuve d'Ascq Office

231 rue de Lille, 59650 Villeneuve d'Ascq
Phone : (33)3-20-59-18-00 Fax : (33)3-20-59-18-08
HORIBA Europe Research Center
Avenue de la Vauve - Passage Jobin Yvon CS
45002 - 91120 Palaiseau
Phone : (33)1-69-74-72-00 Fax : (33)1-69-31-32-20

GERMANY

HORIBA Europe Automation Division GmbH
Zabergau Strasse 3, 73765 Neuhausen
Phone : (49)7158-933-300 Fax : (49)7158-933-399

HORIBA Europe GmbH
Hans Mess Strasse 6, 61440 Oberursel
Phone : (49)6172-1396-0 Fax : (49)6172-1373-85

Darmstadt Office
Landwehr Strasse 55, 64293, Darmstadt
Phone : (49)6151-5000-0 Fax : (49)6151-5000-3865

Dresden Office
Hugo-Junkers-Ring 1, 01109 Dresden
Phone : (49) 351-8896807 Fax : (49)-351-8896808

Hanover Office
Bayern Strasse 29, 30855 Langenhagen
Phone : (49)511-7410-95 Fax : (49)511-7410-53

Korschenbroich Office
Friedrich Ebert Strasse 9-11, 41352 Korschenbroich
Phone : (49)2161-47537-0

Leichlingen Office
Julius Kronenberg Strasse 9, 42799 Leichlingen
Phone : (49)2175-8978-0 Fax : (49)2175-897850

Munich Office
Schleißheimer strasse 253, 80809 Munich
Phone : (49)89-2444-779-0 Fax : (49)89-2444-779-10

Potsdam Office
Dennis Gabor Strasse 2, 14469 Potsdam
Phone : (49)3316-4900-70 Fax : (49)3316-4900-74

Stuttgart Office (Boeblingen)
Hans Klemm Strasse 56, 71034 Boeblingen
Phone : (49)7031-677-9440 Fax : (49)7031-677-9450

Stuttgart Office (Neuhausen)
Zabergau Strasse 2, 73765 Neuhausen
Phone : (49)7158-933-800 Fax : (49)7158-933-899

Wolfsburg Office
Klauskamp, Heinenkap II 38444 Wolfsburg
Phone : (49)5361-27648-11 Fax : (49)5361-27648-24

HORIBA Jobin Yvon GmbH
Neuhof strasse 9, 64625, Bensheim
Phone : (49)89-62-51-84-750 Fax : (49)89-62-51-84-7520

ITALY

HORIBA Italy SRL
Via Luca Gaurico 209, 00143 Roma
Phone : (39)6-51-59-22-1 Fax : (39)6-51-96-43-34

Milano Office
Via Cesare Pavese, 19 20090 Opera Milano
Phone : (39)2-57-60-30-50 Fax : (39)2-57-60-08-76

Torino Office
Via Ferroggio, 30, 10151, Torino
Phone : (39)11-904-0601 Fax : (39)11-900-0448

HORIBA ABX SAS
Italy Office
Via Le Luca Gaurico 209/211, 00143 Roma
Phone : (39)6-51-59-22-1 Fax : (39)6-51-96-43-34

MAURITIUS

MIRA Engineering Service Mauritius Ltd.
9th Floor, Orange Tower, Cybercity, Ebene

NETHERLANDS

HORIBA Europe GmbH
Netherlands Office
Science Park Eindhoven, 5080 (Industrial park
"Ekkersrijf") 5692 EA Son
Phone : (31)40-2900240 Fax : (31)40-2900624

POLAND

HORIBA ABX Sp. z o. o.
ul. Putawska 182 02-670 Warszawa
Phone : (48)22-673-2022 Fax : (48)22-673-2026

PORTUGAL

HORIBA ABX SAS
Portugal Office
Alfrapark Estrada de Alfragide 67, Edificio
F - Piso 0 Sul, 2610-008 Amadora
Phone : (35)12-14-72-17-70 Fax : (35)12-14-72-17-89

ROMANIA

HORIBA (Austria) GmbH
Romania Branch
B-dul.Republicii, nr. 164, Etaj Parter, Birourile nr. 3
si 4, Pitesti, 110177, Judetul Arges,
Phone : (40)348-807117 Fax : (40)348-807118

RUSSIA

HORIBA OOO
Altufievskoe shosse, 13, building 5, 127106, Moscow
Phone : (7)495-221-87-71 Fax : (7)495-221-87-68

HORIBA, Ltd.,
Moscow Office
Build 5, h.13, Altufevskoe shosse, Moscow, 127106

SPAIN

HORIBA ABX SAS
Spain Office
Avenida Caidos de la Division Azul 16, 28016 Madrid
Phone : (34)91-353-30-10 Fax : (34)91-353-30-11

SWEDEN

HORIBA Europe GmbH
Sweden Office (Gothenburg)
Grimboasen 10 A, S-417 49 Gothenburg
Phone : (46)31-644268 Fax : (46)31-644269

Sweden Office (Sodertalje)
Sydhamsnavgen 55-57, 151 38 Sodertalje
Phone : (46)8-550-80701 Fax : (46)8-550-80567

TURKEY

HORIBA Europe GmbH
Istanbul Office
Küçükbakkalköy Mah. Kayışdağı Cad., Flora
Residence No:3/2504, 34750
Ataşehir/Istanbul
Phone : (90)216-572-1166 Fax : (90)216-572-1167

U.K.

HORIBA UK Ltd.
2 Dalston Gardens, Stanmore, Middx HA7 1BQ
Phone : (44)208-204-8142 Fax : (44)208-204-6142

Northampton Office
Kyoto Close, Moulton Park, Northampton, NN3 6FL
Phone : (44)1604-542-500 Fax : (44)1604-542-699

HORIBA Jobin Yvon IBH Ltd.
133 Finnieston Street, Glasgow G3 8HB
Phone : (44)141-229-67-89 Fax : (44)141-229-67-90

HORIBA Test Automation Ltd.
Teme House, Whittington Hall, Whittington Road
Worcester, WR5 2RY
Phone : (44)1905-359359 Fax : (44)1905-359332

HORIBA MIRA Ltd.
Watling Street, Nuneaton, Warwickshire, CV10 0TU
phone : (44)24-7635-5000

Quatro Park
Unit 1, Quatro Park, Paycocke Road, Basildon,
Essex, SS14 3GH
Phone : (44) 1268-290100

HORIBA World-Wide Network

CHINA

Beijing HORIBA METRON Instruments Co., Ltd.

Chaoyang District, Bei Yuan Road 40, Beijing
Phone : (86)10-8492-9402 Fax : (86)10-8492-7216

HORIBA INSTRUMENTS (SHANGHAI) Co., Ltd.

No.200, Taitao Road, Anting Town, Jiading District, Shanghai 201814
Phone : (86)21-6952-2835 Fax : (86)21-6952-2823

HORIBA (China) Trading Co., Ltd.

Unit D, 1 Floor, Building A, Synnex International Park, 1068 West Tianshan Road, Shanghai, 200335
Phone : (86)21-6289-6060 Fax : (86)21-6289-5553

Beijing Office

12F, Metropolis Tower, No. 2, Haidian Dong 3 street Beijing 100080
Phone : (86)10-8567-9966 Fax : (86)10-8567-9066

Guangzhou Office

Room 1611/1612, Goldlion Digital Network Center, 138 Tiyu Road East, Guangzhou 510620
Phone : (86)20-3878-1883 Fax : (86)20-3878-1810

Shanghai Service Center

Room 303, No.84, Lane887, Zu-Chong-Zhi Road, Zhangjiang Hi-tech Park, Shanghai, 201203
Phone : (86)21-5131-7150 Fax : (86)21-5131-7660

Shanghai Technical Center

No.200, Taitao Road, Anting Town, Jiading District, Shanghai, 201814
Phone : (86)-21-6289-6060 Fax : (86)-21-6289-5553

MIRA China Ltd.

Jingan Zhonghua Plaza, No.1701, Beijing West Road, Shanghai, 200040
Phone : (86)21-5157-2236 Fax : (86)21-5157-2238

INDIA

HORIBA India Private Ltd.

246, Okhla Industrial Estate, Phase 3, New Delhi, 110020
Phone : (91)11-4669-5001/(91)11-4646-5000

Fax : (91)11-4669-5010/(91)11-4646-5020

Bangalore Office

No.55, 12th Main, Behind BDA Complex, 6th sector, HSR Layout, Bangalore South, Bangalore-560102
Phone: (91) 80-4127-3637

Chennai office

The ground floor New No. 41, Old No. 15/3, Velachery Road, Little Mount, Saidapet, Chennai - 600015
Phone : +(91)-44-42077899

Technical Center

D-225, Chakan MIDC Phase-II, Bhamboli Village, Pune-410501
Phone : (91)-02135-676000

INDONESIA

PT HORIBA Indonesia

JL. Jalur Sutera Blok 20A, No. 16-17, Kel. Kunciran, Kec. Pinang Tangerang 15144
Phone : (62)21-3044-8525 Fax : (62)21-3044-8521

KOREA

HORIBA KOREA Ltd.

202-501, Bucheon Techno Park, 388, Songnae-Daero, Wonmi-Gu, Bucheon-Si Gyunggi-Do, 14502
Phone : (82)32-621-0100 Fax : (82)32-621-0105

Seoul Office

10, Dogok-Ro 6-Gil, Gangnam-Gu, Seoul, 06259
Phone : (82)2-753-7911 Fax : (82)2-756-4972

Suwon Office

D2f Hae Sung Building 107-5 Yuljeon-Ro, Jangnang-Gu, Suwon-Si Gyeonggi-Do, 16361
Phone : (82)31-296-7911 Fax : (82)31-296-7913

Ulsan Office

601, Kaya Building, 93, Sinjeong 3 Dong, Nam-Gu, Ulsan, 44684
Phone : (82)52-275-0122 Fax : (82)52-276-0136

HORIBA STEC KOREA, Ltd.

110, Suntech-City, 474, Dunchon-daero, Jungwon-Gu, Seongnam-si, Gyeonggi-Do, 13229
Phone : (82)31-777-2277 Fax : (82)31-777-2288

SINGAPORE

HORIBA Instruments (Singapore) Pte. Ltd.

3 Changi Business Park Vista #01-01 Akzonobel House, Singapore, 486051
Phone : (65)6-745-8300 Fax : (65)6-745-8155

West Office

83 Science Park Drive #02-02A, The Curie Singapore 118258
Phone : (65)6-908-9660

TAIWAN

HORIBA Taiwan, Inc.

3 Floor, No.18, Ln. 676, Zhonghua Road, Zhubei, Hsinchu country 302
Phone : (886)3-656-1160 Fax : (886)3-656-8231

Tainan Office

1 Floor, No.117, Chenggong Road, Shanhua, Township Tainan country 741
Phone : (886)6-583-4592 Fax : (886)6-583-2409

THAILAND

HORIBA (Thailand) Ltd.

393, 395, 397, 399, 401, 403 Latyah Road, Somdetchaopraya, Klongsan, Bangkok 10600
Phone : (66)2-861-59-95 Fax : (66)2-861-52-00

East office

850/7 Soi Lat Krabang 30/5, Lat Krabang Road, Bangkok 10520
Phone : (66)2-734-4434 Fax : (66)2-734-4438

VIETNAM

HORIBA Vietnam Company Ltd.

Hanoi Office

Unit 6, 10 Floor, CMC Tower, Duy Tan Street, Dich Vong Hau Ward, Cau Giay, Hanoi
Phone : (84)4-3795-8552 Fax : (84)4-3795-8553

Readout HORIBA Technical Reports December 2016 No.47

発行日 2016年12月14日
発行人 足立 正之
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://www.horiba.com/jp/publications/readout/>



DTP・製版・印刷・製本

株式会社 写真化学

<Readout編集委員会>

委員長 足立 正之
副委員長 野村 聡
編集委員 河野 武志, 青山 剛士, 藤井 洋,
中角 明, 西里 洋, 西川 正巳,
井上 正規, 清水 哲夫, 森 良弘,
織田 香織
編集局 中田 靖

お問い合わせ先

株式会社 堀場製作所 開発本部 開発企画センター
Tel:075-325-5036 Fax:075-325-5192
e-mail:readout@horiba.co.jp

HORIBA

Explore the future



この印刷物は、ESPAのシルバー基準に適合し、地球環境負荷に配慮した印刷方法にて作成されています
ESPA：環境保護印刷推進協議会
<http://www.espa.com>