

# Readout

HORIBA Technical Reports

特集 量から質へ臨床検査

March 1996 ■ No.12

---

## インラインガスモニタ

### In-line Gas Monitor

清水直仁・衣斐寛之・嘉田教夫・清水哲夫・原田宙幸  
Naohito SHIMIZU, Hiroyuki EBI, Norio KADA,  
Tetsuo SHIMIZU, Hiroyuki HARADA

(Pages 59-64)

---

株式会社 堀場製作所



# インラインガスモニタ

## In-line Gas Monitor

清水 直仁・衣斐 寛之・嘉田 教夫

清水 哲夫\*・原田 宙幸\*\*

Naohito SHIMIZU, Hiroyuki EBI, Norio KADA

Tetsuo SHIMIZU\*, Hiroyuki HARADA\*\*

### 【要旨】

半導体デバイスの製造プロセスで使われるシランガス ( $\text{SiH}_4$ )、ホスフィンガス ( $\text{PH}_3$ ) の濃度を連続的に測定する小型のインラインガスモニタ IR-100を開発した。IR-100の分析部は、点滅型の光源、デュアルタイプ2波長焦電検出器などを適用することにより、80mm (W)×35mm (D)×152mm (H) とガス配管系への直結が容易な形状とすることができた。IR-100は、ガス濃度の監視、ガスパージの終点検知などによる半導体プロセスの生産性の向上はもちろん、ボンベの誤接続の予防など安全の確保にも役立つものと期待されている。本稿ではIR-100の仕様、測定原理、特長的な機能について述べる。

### Abstract

HORIBA has developed the IR-100, a compact in-line gas monitor that continuously measures the concentration of silane gas ( $\text{SiH}_4$ ) and phosphine gas ( $\text{PH}_3$ ) used in semiconductor device production processes. The IR-100 uses a flashing light source and a dual-type 2-wavelength pyroelectric detector in its sensor. This allows the IR-100 to be made compact at 80 mm (W)×35 mm (D)×152 mm (H) and coupling with the gas piping system to be simply configured. The IR-100 not only improves the productivity of semiconductor processes by monitoring gas concentrations and implementing final inspection to ensure complete gas purging; it is also expected to help ensure safety in preventing improper connection to gas cylinders. This paper describes the specifications, measurement principle and main features of the IR-100.

## 1. はじめに

近年、半導体デバイスの製造プロセス(以後、半導体プロセスという)では、薄膜成長用の反応炉への供給ガスの濃度をインラインで計測、評価したいとの要望が増えている。これはデバイスの高性能化と高集積化の進展に伴い、ガス濃度の制御精度も非常に厳しくなってきたためである<sup>1)</sup>。また、使われるガスの種類も年々増加しており、ボンベ誤接続防止、パージ終点検知等のシステム全体の総合的な安全対策の構築がますます重要になっている<sup>2)</sup>。

\* (株)エステック

\*\* 三菱商事(株)



図1 インラインガスモニタ IR-100  
In-line gas monitor IR-100

現在、これらのガス分析には、質量分析計やガスクロマトグラフなどの大型分析計や半導体式の漏洩検知器などが使われている。しかし、これらはインライン計測が困難、あるいはサンプリング時に試料ガスが変質する等の問題がある。

そこで当社では、小型で操作が容易で、かつガス配管に直接設置できるインライン形のシラン ( $\text{SiH}_4$ ) とホスフィン ( $\text{PH}_3$ ) のガスモニタ IR-100を開発した。図1にIR-100の外観を、表1に主な仕様を示す。

## 2. 測定原理

### 2.1 構成

$\text{SiH}_4$ と $\text{PH}_3$ は図2のように赤外線領域に固有の吸収をもっており、IR-100はこの赤外線の吸収量をはかることによってガス濃度を測定する。

図3にIR-100の光学系を模式的に示した。主な構成要素の機能を次に述べる。

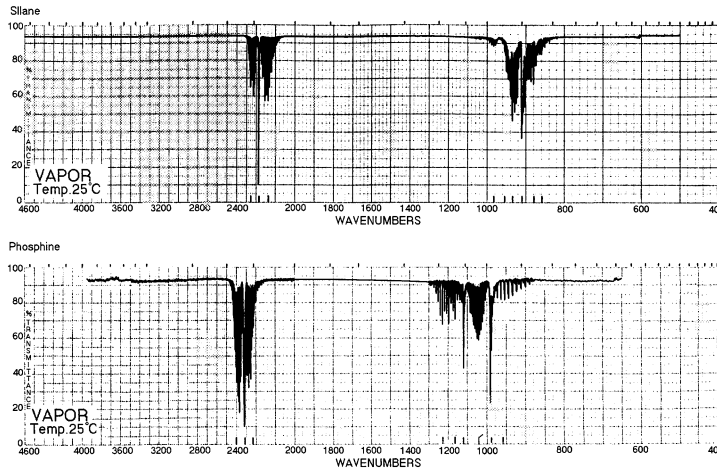


図2  $\text{SiH}_4$ と $\text{PH}_3$ の赤外吸収スペクトル  
Infrared absorption spectrum of  $\text{SiH}_4$  and  $\text{PH}_3$

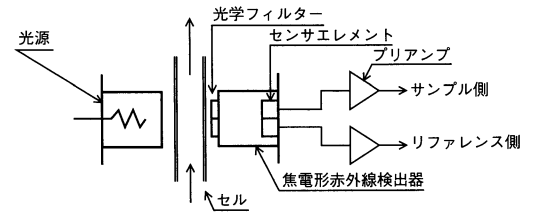


図3 IR-100の光学系  
IR-100 optical system

|        |                                 |
|--------|---------------------------------|
| 型式     | IR-100                          |
| 測定対象ガス | $\text{SiH}_4$ 又は $\text{PH}_3$ |
| 測定レンジ  | 0~10% 0~20%                     |
| 再現性    | ±2%FS                           |
| 圧力特性   | ±2%FS/98kPa                     |
| 温度特性   | ゼロ ±2%FS/10°C                   |
|        | スパン±4%FS/10°C                   |
| 直線性    | ±3%FS                           |
| 使用温度範囲 | 0~50°C                          |
| 応答速度   | $T_{90}$ =10秒以下                 |
| 耐圧     | 980kPa                          |
| 使用圧力範囲 | 0~294kPa                        |
| 濃度信号出力 | 4~20mA又は0~1V                    |
| 圧力信号出力 | 4~20mA又は0~1V                    |
| 配管取合   | 1/4" VCR                        |
| 電源     | DC+5V, ±15V                     |

表1 IR-100の主な仕様  
Main specifications of IR-100

#### (1) 光源

TOのパッケージにフィラメントを密封し、これを直接点滅する。

#### (2) 光学フィルタ(多層膜干渉フィルタ)

$\text{SiH}_4$ 計では、 $\text{SiH}_4$ の吸収波長とほぼ一致した波長 $4.6\mu\text{m}$ に透過ピークを持つ干渉フィルタを使用している。また、 $\text{PH}_3$ 計では、 $\text{PH}_3$ の吸収波長とほぼ一致した波長 $4.3\mu\text{m}$ に透過ピークを持つ干渉フィルタを使用している。

#### (3) 検出器(焦電型赤外線検出器)

2個の素子を内蔵したデュアルタイプの焦電型赤外線検出器<sup>3)</sup>を使用している。一方の素子には $\text{SiH}_4$ または $\text{PH}_3$ の吸収波長と合致した干渉フィルタ(サンプル側)を、もう一方の素子にはそれぞれの吸収帯域とは離れた波長の干渉フィルタ(比較側)を取り付けている。

#### (4) ガスセル

ガスセルはサファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) を窓材とした流通形セルを使用している。

## 2.2 信号の演算処理

ガス濃度の測定はランバート・ベールの法則に基づいて行う。サンプル側と比較側それぞれの光量を別々に検出し、両者を演算することにより、光源変動やセル窓の汚れなどの影響がない安定な計測を行っている。

Sample側光量

$$I = I_0 e^{-a l c}$$

濃度演算式

$$(\text{Ref.} - \text{Samp.}) / \text{Ref.}$$

$$= (I_0' - I) / I_0'$$

$$= (I_0 - I_0 e^{-a l c}) / I_0$$

$$1 - e^{-a l c}$$

I : ガスによる吸収のない場合の光量  
 I<sub>0</sub> : サンプル測光量  
 I<sub>0</sub>' : Reference側光量  
 a : 測定ガスの吸収係数  
 l : セルの長さ  
 c : 測定ガスの濃度

## 3. 構造と特長

IR-100は、ガス配管系に容易に取り付けられるコンパクトな形状で、ガス分析と信号処理とを行うモニタ部と、モニタ部へ電源を供給する電源部とから構成されている(図4)。図5にIR-100の内部構造を示す。

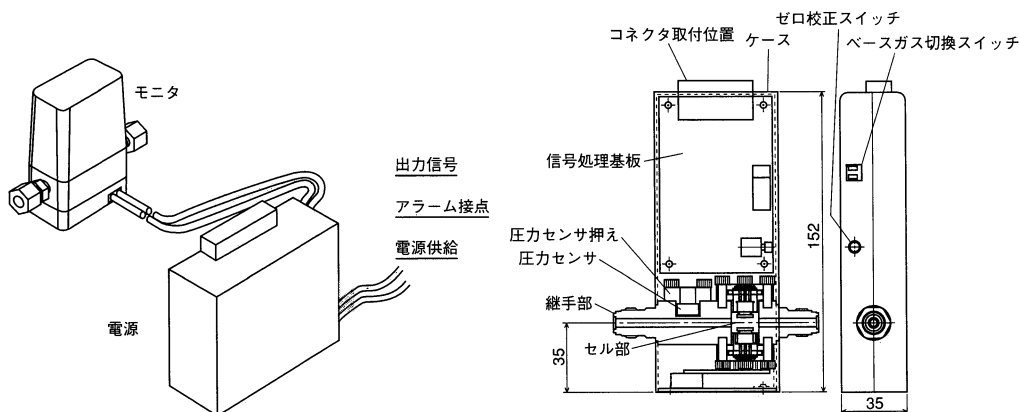


図4 IR-100の構成  
Configuration

図5 IR-100の内部構造  
Internal structure of IR-100

IR-100の構造的な特長を以下に示す。

- ① サンプルガスの導入口は1/4" VCRとコンパチの取り合いとなっており、直接半導体プロセスの配管系内に取り付けることができる。
- ② 配管でのインライン計測が可能のため、高速で測定ができる。
- ③ セル部では、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>窓をSUS316L製のセル管にメタライズ接合しているため、980kPa (10kgf/cm<sup>2</sup>)の圧力にも耐えられる。さらに、万一セル窓部が破損した場合にも外部にガスが漏洩しないように、セル窓部はハーメチックシールで二重のシール構造をとっている。
- ④ 外部大気とのシール部分は、すべてSUS316のメタルO-リングを使用して気密性を高めている。真空フード法による試験によると、IR-100の漏れ量は5 × 10<sup>-14</sup> Pam/s (He) 以下であることが確認されている。
- ⑤ 分析部は最高80℃までの加熱が可能で、ガス系のベーキング処理に適している。

- ⑥セル内部の表面は鏡面仕上げ加工を行い、パーティクルの発生およびガスの吸脱着を防いでいる。

## 4. 機能

### 4.1 ガス種の判定機能

赤外吸収法を原理とするIR-100では、干渉フィルタによって特定成分だけを選択的に検出することができる。したがって、透過波長の異なる干渉フィルタを組み合わせることで、半導体プロセスのガス配管系に生じる異常を容易に判別することができる。

例えば、 $\text{SiH}_4$ と $\text{PH}_3$ の吸収強度の比率の違いを利用して、相互の同一濃度における干渉影響値として5：1以下の選択比をもたせることができる。インラインガスモニタとして使用する場合、 $\text{SiH}_4$ と $\text{PH}_3$ を常に混合させたり、または測定ラインに交互に流すことは通常あり得ないため、測定成分を決めてあらかじめ調整をしておけば、異常濃度か他の成分ガスであるかの判別が可能となる。

### 4.2 圧力補正機能

半導体プロセスでは、ガスモニタを設置する場所や使用条件の変更などによりサンプルガスの圧力が変動することが少なくない。ところで、赤外線ガス分析計は、測定セル中のガスの圧力が変動すると、ガス密度が変化し吸収特性(検量線)が変わる。IR-100では、任意の使用圧力下における測定セルの後段に圧力センサを取り付けて、圧力影響を演算補正することによって、ガス濃度を正確に算出している。

一般に、検量線の曲がりは4～5次の高次多項式近似を使って補正されているが、変曲点が発生し結果的に誤差が大きくなる欠点がある。IR-100では、直角双曲線近似を導入し、圧力変化を効果的に補正している。なお、本補正方法は、現在特許出願中である。

### 4.3 ベースガス補正

混合ガスの赤外線吸収量は混在する非吸収性のガス(ベースガス)の種類によって異なり、例えば、 $\text{N}_2$ や $\text{H}_2$ に比べ $\text{Ar}$ や $\text{He}$ では感度が少し低くなる傾向がある。これは被測定分子に種類が異なる分子が衝突すると、衝突エネルギーの差によって吸収係数に差が生じるためである<sup>4)</sup>。

IR-100では、ベースガスが異なる場合には、あらかじめベースガスの種類を設定することにより感度補正ができる機能をもっており、より高精度な測定を可能にしている。

## 5. 信号処理

IR-100の信号は次のように処理される(図6)。

- ①焦電型赤外線検出器より出力された2つの信号は、光源の点滅をもとに同期整流され、平滑化後、アナログ/デジタル変換器(ADC)に入力される。
- ②温度補償用センサと圧力補正センサの信号も同時にADCに入力される。

- ③ADCからの信号はマイクロコンピュータで、各種の演算処理が行われ、最終的に濃度となり出力される。
- ④電源供給部では、センサ部からの出力を受け、濃度を表示すると同時に、濃度とガス圧力信号をRS-232Cを通して外部の機器に出力する。
- ⑤電源供給部は、濃度出力と分析部の異常チェックを行うなどの自己診断を行い、異常警報を出す。

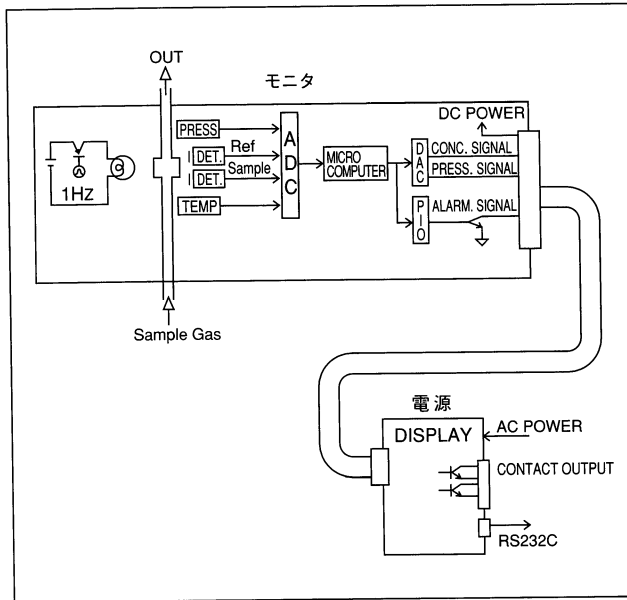


図6 IR-100の信号処理ブロック図  
Signal processing block diagram of IR-100

## 6. おわりに

IR-100は、半導体プロセスのガス濃度を監視することにより、生産性の向上と安全確保を目指して開発したものである。マスフローコントローラと併用し、ガスの濃度と流量をリアルタイムに監視制御することによって半導体プロセスにおける材料ガスの消費量およびマテリアルバランスの管理など、その効果は一層高まることが期待される。

また、今回はSiH<sub>4</sub>とPH<sub>3</sub>を測定対象ガスとして開発したが、現在の半導体プロセスでは各種ガスが使われており、それらの多くが赤外線領域に吸収を持っている(図7)。今後は、これらのガスにも対象を順次広げ、半導体プロセスの研究開発から生産までのあらゆる工程のお役に立ちたいと願っている。

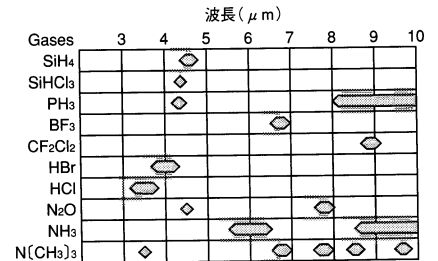


図7 半導体用各種ガスの赤外吸収波長の帯域  
Infrared absorption wavelength bands of gases used in the production of semiconductor devices

参考文献

- 1) 鈴木誉也, “半導体研究17, 超LSI技術4, プロセス評価, Si気相成長のインプロセス評価”, 工業調査会, (1981), p.93-119.
- 2) 加瀬隆雄, “半導体製造工場における安全対策システム”, 空気清浄, Vol26, No.3, p14-31 (1987).
- 3) 嘉田教夫, 秋山重之, 清水哲夫, 原田宙幸, “新しいインライン式半導体ガス濃度計の開発” 第13回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, 東京 (1995), p.93-98.
- 4) N.D.Coggeshall, E.L.Saier, “Pressure Broadening in the Infra-Red and Optical Collision Diameters”, J.Chem.Phys.15,65-71 (1947).



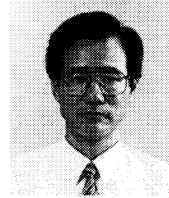
清水 直仁  
Naohito SHIMIZU

環境・工業計測開発部 主任  
1985年入社  
ガス分析計 設計・開発



衣斐 寛之  
Hiroyuki EBI

開発センター 係長  
1979年入社  
センサー, ガス分析計の開発に従事



嘉田 教夫  
Norio KADA

環境・工業計測開発部 係長  
1980年入社  
ガス分析計 設計・開発



清水 哲夫  
Tetsuo SHIMIZU

株式会社エステック  
技術本部 課長



原田 宙幸  
Hiroyuki HARADA

三菱商事株式会社  
技術部 技師長





