

溶存オゾンモニタ OZ-96

OZ-96 Dissolved Ozone Monitor

鈴木 理一郎*

*株式会社コス

要 旨

最近、半導体デバイスや液晶パネルの製造プロセスでは、基板洗浄やレジスト膜の除去にオゾン水を使うケースが増えている。これらの生産ラインの歩留まりを高く、安定に保つために、オゾン水の濃度をリアルタイムに監視することが重要である。この度、(株)コスは、紫外線吸収法による溶存オゾンモニタOZ-96を開発した。本稿では、OZ-96の測定原理、特性を報告する。

Abstract

Recently, there is growing use of ozonated water for circuit board cleaning and resist film removal in manufacturing processes for semiconductor devices and LCD panels. In order to maintain the high, stable yield of these production lines, it is important to be able to monitor ozone concentration in real time. Cos Co., Ltd. has developed the OZ-96 Dissolved Ozone Monitor that utilizes the ultraviolet absorption method. In this article, we report on the measurement principle and features of the OZ-96.

1 はじめに

半導体デバイスや液晶の高集積化・高密度化が進む中、より高性能で効率の高いウエハ洗浄法やフォトリソ膜の除去方法が求められている。従来、これらのプロセスでは、RCA洗浄液などのアルカリ性・酸性の各種薬液が使われてきたが、最近、環境問題、コストなどの点からオゾン水による処理方法が注目されている。

ところで、これらの工程を安定化しデバイス生産の歩留まりを高く保つためには、オゾン水の濃度を管理することが不可欠である。(株)コスは、当社が培ってきた水質計測技術を駆使して半導体洗浄プロセスやレジスト剥離プロセスに欠かせない溶存オゾンモニタOZ-96(図1)を開発した。



図1 溶存オゾンモニタ OZ-96

2 測定原理

気体状態のオゾンは、オゾンホールでも広く知られているように、紫外線をよく吸収する。同様に、水中に溶解しているオゾンもまた紫外線を吸収する。オゾン水は、図2に示すように260nm付近に固有の吸収ピークを持っている。OZ-96は、この波長の紫外線吸収から水中に溶解しているオゾンの濃度を測定している。

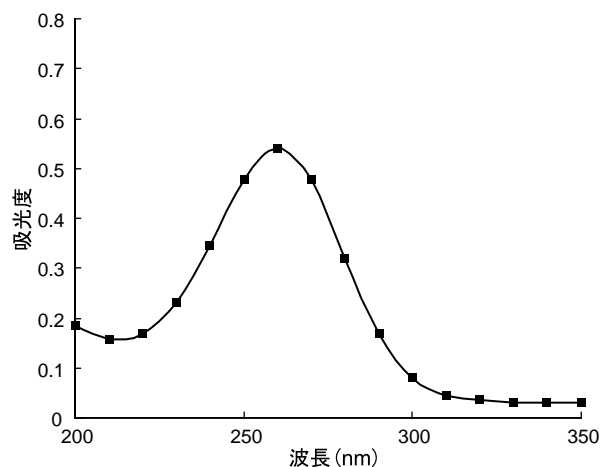


図2 オゾン水の紫外線吸収スペクトル

2.1 光学系

OZ-96の光学系を図3に示す。

低圧水銀灯から出射された紫外線は、石英製のコリメータレンズを通して平行ビームにされる。ビームの一部はオゾン水を連続的に流したサンプルセルを通過させて検出器に導き、別の一部は、直接参照信号用検出器に導く。このダブルビーム法を採用したことにより、OZ-96では、光源の変動など光学系に起因する誤差要因を取り除き、安定な測定が可能となった。

なお、低圧水銀灯から出射される紫外線の中から253.7nmの輝線だけを選択的に透過する干渉フィルタを検出器の前に置くことにより、スパン感度を安定させている。

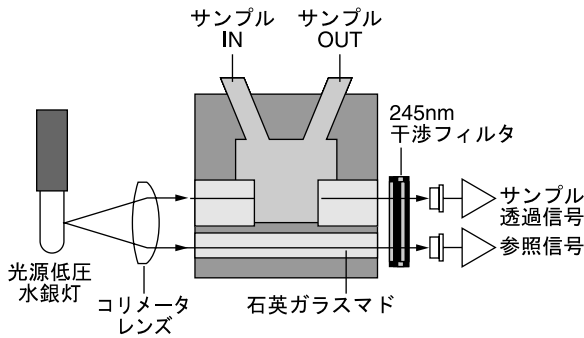


図3 OZ-96の光学系

2.2 増幅系

半導体の製造現場で使われるオゾン水の濃度は広い範囲で使われるため、濃度モニタの測範囲を広くした。紫外線253.7nmの透過光はオゾン濃度に対して指数関数で減衰する(ランバート・ベールの法則)。高濃度になるにつれ、透過光信号はゼロに近づくので信号を拡大する必要がある。

OZ-96では、検出器からの信号を2段階のアナログアンプで増幅し、広い濃度範囲でも一定の測定精度が得られるようにしている。図4にオゾン濃度と検出器の出力を透過率に換算した相関関係を示すように、2段階増幅により透過率0.001までの濃度範囲をカバーしている。

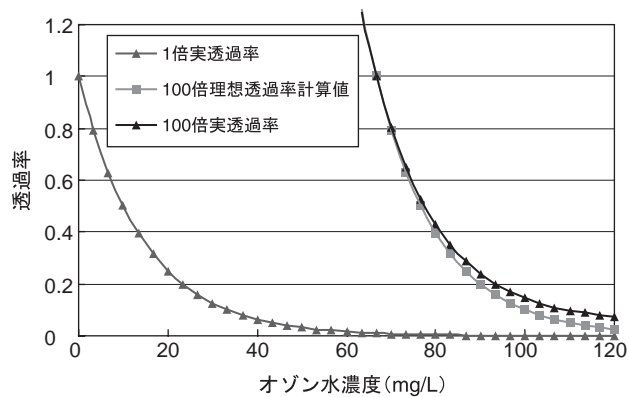


図4 オゾン濃度と検出器の出力

2.3 濃度の校正

253.7nmにおける吸光度と水中の溶存オゾン濃度との関係を某オゾン水発生装置メーカーの協力により求めた。100mg/Lの溶存オゾン濃度で吸光度は約2.5であるが、この間で吸光度と濃度の関係は全くの直線であった。図5に吸光度と手分析の関係を示す。この結果から得られた吸光係数に吸光度を掛ける計算で溶存オゾン濃度を出力するようにした。

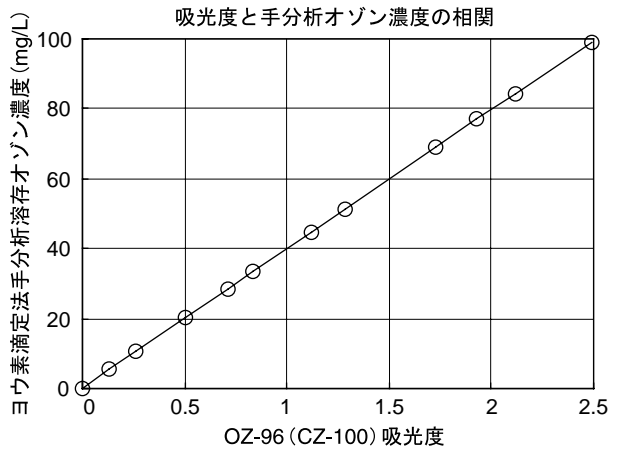


図5 吸光度と手分析オゾン濃度の相関

3 高精度測定のための工夫

OZ-96では、半導体プロセスに直結して安定に計測を実現するために、いろいろな工夫をしている。

3.1 気泡の分離

オゾン水発生装置では、洗浄効果を高めるためにオゾン水を加圧し、溶解するオゾン濃度を高めることがある。しかし、このような系では、サンプル液を常圧に戻すと過飽和のガスが気泡化し、計測精度を低下させる原因となる。従って30mg/L以上の濃厚溶液の場合には、サンプルの圧力を落とさずに加圧状態で測定する。それでも気泡が配管中に多少発生することがある。そこでOZ-96では、発生した気泡が計測に悪い影響を及ぼさないようにセルの構造を工夫した。

3.2 出力の安定化

オゾン濃度モニタは半導体製造ラインの歩留まりに直結するため、必要な時にすぐ使え、しかも長期にわたり安定でなければならない。OZ-96では、ダブルビーム方式を採用して安定化を図っているが、光学系の構造を工夫して立ち上がり時間の短縮や長期安定化も図っている。図6に立ち上がり特性を、図7に長期安定性の試験結果を示す。

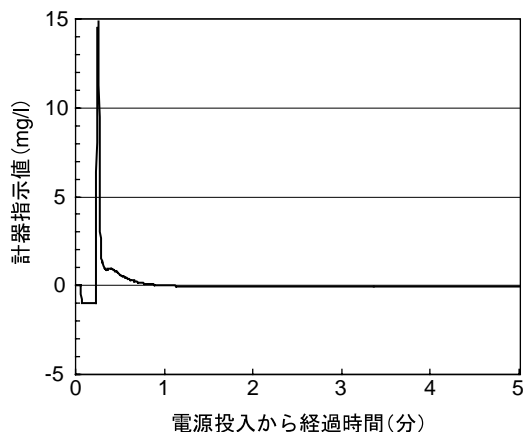


図6 立ち上がり特性

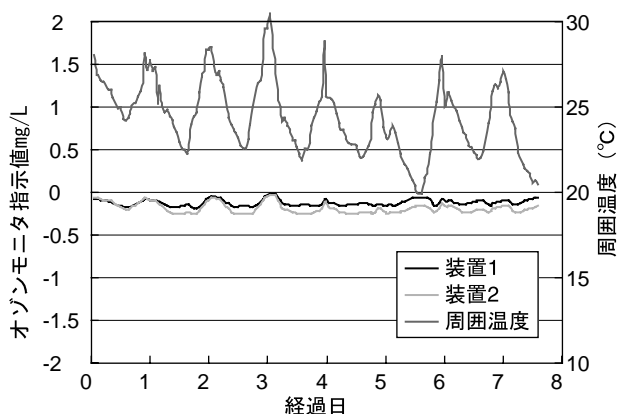


図7 長期安定性

4 特長的な機能

OZ-96は半導体プロセス用モニタとして次のような特長的な機能を持っている。

- ・ 耐水圧 0.5MPa
- ・ 気泡を検出しないセル構造
- ・ 低濃度の安定性と高濃度測定を両立させた2段ゲイン回路
- ・ 単色性の追求によるスパン感度の安定化
- ・ 外部ゼロ校正指令

OZ-96の主な仕様を表1に示す。

測定対象	純水中のオゾン濃度
測定原理	紫外線吸収法
測定範囲	0 ~ 100mg/l
再現性	±0.5mg/l 以内
安定性	ゼロ点 : ±0.5mg/l/day 以内 スパン感度 : ±0.5mg/l/day 以内
形式	変換器 : OZ-96 検出器 : CZ-100 , 専用ケーブル : ZK-XX
伝送出力	DC4 ~ 20mA 出力絶縁形 最大負荷抵抗 : 600 直線性 : ±0.5%FS
伝送出力範囲	0 ~ 5, 10, 20, 50, 100mg/l
制御信号	4ch a 接点(動作時閉) 出力 容量 : DC24V, 1Amax(抵抗負荷) 下々限, 下限, 上限, 上々限(異常警報に設定可)
調整機能	ゼロ点校正, スパン感度調整, スパンチェック
電源	DC24V ±10% 0.5A
変換器構造	パネル取付け : DIN 96×96 屋内設置型 ケース:SUS304 パネル : ABS
外形寸法	変換器 : 96(W)×96(H)×145(D) 検出器 : 132(W)×130(H)×180(D) (突起を除く)
質量	変換器 : 約 650g, 検出器 : 約 2kg
サンプル条件	圧力 : 0.3MPa 以内 流量 : 100ml/m (50 ~ 300ml/m) 温度 : 5 ~ 30°C
取り合い	PFA 1/4 インチチューブ
パージ入口	6 チューブ継ぎ手

表1 OZ-96 主な仕様

5 おわりに

以上紹介したようにOZ-96はますます多様化、高度化する半導体プロセスに合わせて、測定レンジを低濃度から高濃度まで幅広いニーズに対応できるように開発した。OZ-96の高い安定性は、半導体生産ラインの生産性向上に役立つものと期待している。

今後は、OZ-96の更なる高性能化・安定化を図る一方で、インライン計測など新たな分野でもお使いいただけるように一層の研鑽を進めていきたい。



鈴木 理一郎
Riichiro Suzuki
株式会社 コス
設計部
マネージャー