

# 半導体プロセスにおけるガス濃度モニタ

西村 克美

## 要旨

半導体のドライプロセスにおけるガス濃度モニタの重要性は年々高まっており、さまざまな用途に使用されている。チャンバからの排気ガスの計測はもとより、供給ガス計測、チャンバ内計測も注目されている。また、クリーンルーム内の労働者の安全や健康維持のための環境監視や、プロセスを妨害する成分の監視にもモニタが必要となっている。本稿では、HORIBAグループが提供するFTIR、NDIRガス分析計や、クリーンルーム内雰囲気ガスモニタなど、用途に応じたガス濃度モニタのソリューションを実例と共に紹介する。

## 1 はじめに

半導体のドライプロセスにおいて、さまざまな目的・用途でプロセスガスの濃度計測が行われるようになってきている。それらの用途を大別すると、次のように4つに分類できる。

- ① チャンバからの排気ガスモニタ
- ② チャンバへの供給ガスモニタ
- ③ チャンバ内の残留/反応ガスモニタ
- ④ クリーンルーム内の雰囲気ガスモニタ

図1にHORIBAグループが提供するドライプロセスにおけるガス濃度分析のソリューションを示す。

本稿では、これらの用途別に使用される装置、及びそのアプリケーションについて紹介を行う。

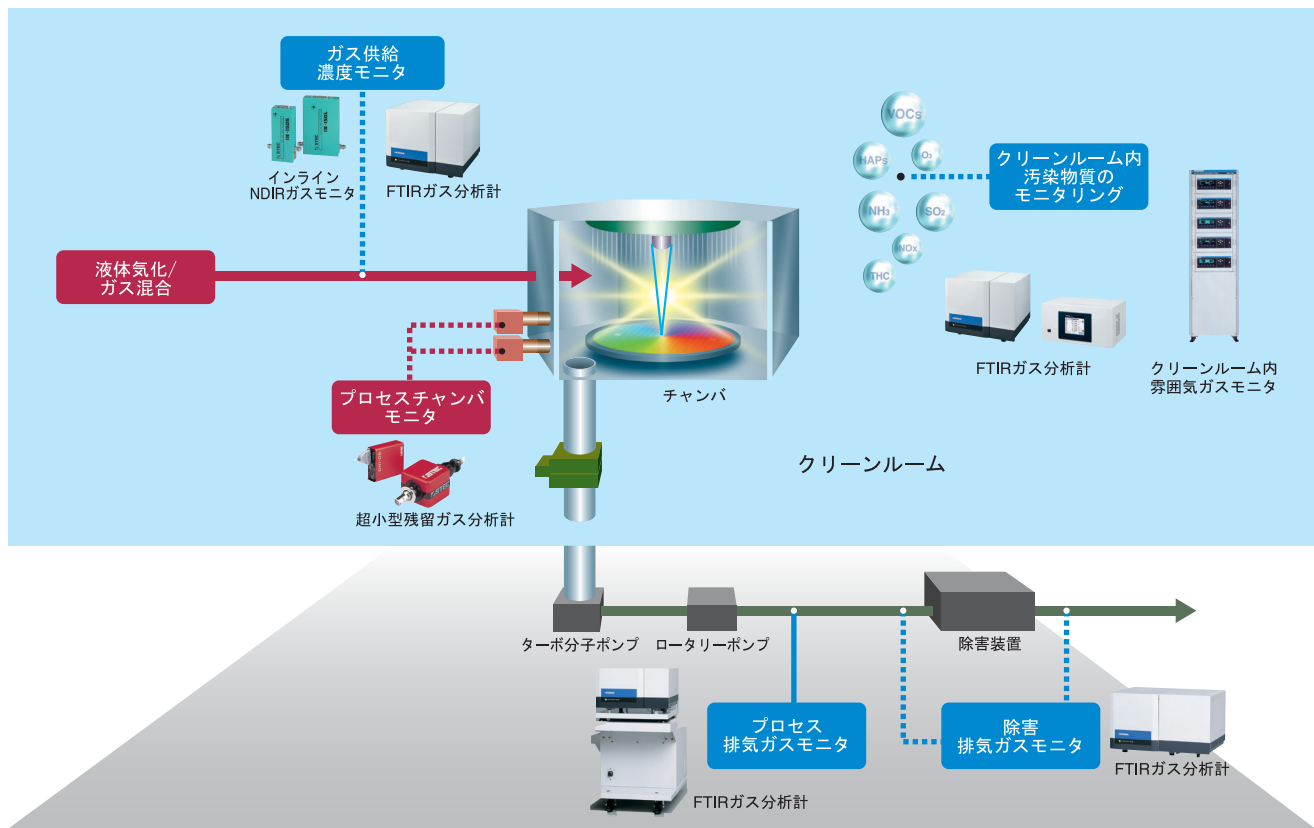


図1 ドライプロセスにおけるガス濃度分析ソリューション

## 2 排気ガスモニタ

エッチャーや化学気相成長法 (Chemical Vapor Deposition: CVD) のチャンバで使用されるガスには、プロセスガス、クリーニングガス共に、地球温暖化に影響するPFCs (Perfluorocompounds) や毒性のあるガスが多く含まれている。そのため、大気中へそのまま放出することはできない。チャンバからの排気ガスは除害装置を通して、地球温暖化係数の小さいガスや無害のガスに変換されて、大気中へ放出される。

排気ガスモニタとしては、これらの除害装置の効率の測定や、プロセス実行中やクリーニング実行中のガス濃度を測定し、プロセス条件の最適化やクリーニングのエンドポイントの検出に使われている。これらの用途には、GC-MSやガス分析用のフーリエ変換赤外分光光度計 (Fourier Transform Infrared Spectrometer: FTIR) が使われている。FTIRは測定時間が短く、リアルタイムに近い測定ができる点で非常に有効である。

FTIRは赤外分光法を原理とした測定器で、ガスセル内に導入したサンプルガスに、赤外光を通してその吸光度を測定し、濃度を算出する。サンプルガスが複数の成分から成り、スペクトルのピークが重なっている場合でも、多変量解析の手法によってそれらを分離定量できることがFTIRの特徴である。FTIRによる分析の流れを図2に示す。また、光路長の異なるガスセルを使うことで、さまざまな濃度レンジのガスを測定することが可能である。

HORIBAではFTIRガス分析計FG-100シリーズをこれらの用途にラインナップしている。

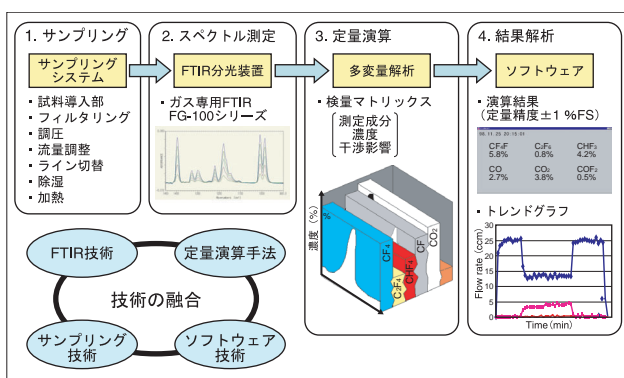


図2 FTIRによる分析の流れ

### 2.1 除害装置の効率測定

除害装置の前後では、ガスの濃度は2~3桁も異なっている。FG-100シリーズには除害効率の測定に便利のように、異なる光路長のガスセルを2つ搭載したデュアルセルタイプのガスセルを用意している。パソコンからのコントロールで、ガスセルに導く赤外光の光路を切り換え

ることができ、セルへの導入配管を接続し直すことなく、除害装置の入口側/出口側両方のガスを交互に測定できる。FG-100シリーズは、まさしく除害装置の動作チェックにはなくてはならない装置である。

### 2.2 プロセスの最適化

プロセス実行中の排気ガスをモニタすることで、プロセス条件の最適化やプロセスの効率測定が可能である。条件を最適化することでガス消費量の削減や、スループットの向上が図れる。

### 2.3 クリーニングの終点検出

チャンバのクリーニング実行中の排気ガスをモニタすることで、クリーニング中にどのようなガスがどんな時間経過で生成されているかがわかる。その中の1つのガス種に着目し、クリーニングがどの程度進んでいるかをモニタして、終点を検出することが可能である。終点検出が最適に行われることにより、チャンバへのダメージを防止し、メンテナンスコストの削減が図れる。

図3に、SF<sub>6</sub>によるチャンバクリーニング時の排気ガスモニタの例を示す<sup>[1]</sup>。

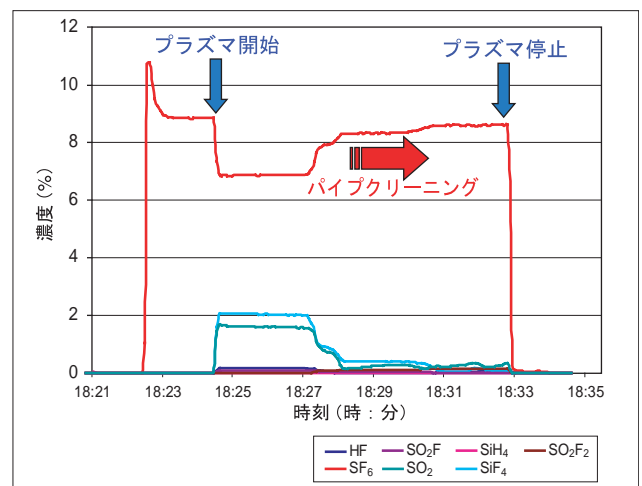


図3 SF<sub>6</sub>によるクリーニング時の排気ガスモニタ

このようなガス濃度の変化によるクリーニングの終点検出に関心が高まっているものの、チャンバごとにFTIRを設置するには、FTIRのサイズが大きく、価格も高いのがネックとなり実現できていない。そのため、装置メーカーやデバイスメーカーからは、非常に小型で安価な終点検出モニタが求められており、HORIBAとしてもそれらの要求に応える装置を開発する予定である。

### 3 供給ガスモニタ

CVDの原料は、無機化合物と有機金属化合物に大別できる。無機化合物は $\text{SiH}_4$ や $\text{PH}_3$ 、 $\text{AsH}_3$ 等の水素化合物か、 $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ や $\text{SiCl}_4$ 等のハロゲン化合物である。これらは常温では気体でありボンベにて供給可能で、マスフローコントローラにより、供給量をコントロールできるため、ガス濃度のモニタは必要とされていなかった。しかし、有機金属化合物の原料は蒸気圧が低く、常温で液体または固体であり、気化させて供給しなければならない。このような場合、気化されたガスがどのような成分・濃度であるのか、十分把握されないまま使用されていた。しかし、近年東京工業大学とHORIBAが共同でFTIRを使ったさまざまな研究<sup>2)</sup>を行い、気相状態でのガス濃度のモニタの必要性が認識されてきている。

FG-100シリーズでも供給ガスのモニタは可能であり、研究段階では非常に有効である。しかし、製造段階で使う場合、このような単成分モニタには超音波式の濃度計や、非分散型赤外ガス分析計(Non-dispersive Infrared Gas Analyzer:NDIR)が利用できる。

超音波式のモニタは、2種類のガスの混合率が変わると、超音波の伝播速度も変わることを利用してガス濃度を求めている。そのため、原料ガスとキャリアガスの2成分から成る場合には計測可能であるが、原料ガスが分解しやすい場合には正確な計測はできないという欠点がある。

一方、NDIRはFTIRと同様に赤外吸収を利用したガス分析計であるが、光学フィルタにより測定対象ガスに特有な吸収波長の赤外光だけの吸収を計測し、ガス濃度を求めている(図4)。最適な光学フィルタを使用することにより、たとえ原料ガスが分解しやすい場合でも、正確な濃度計測を行うことが可能である。

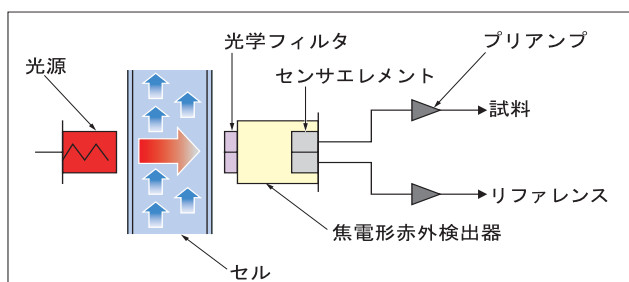


図4 NDIRの原理図

HORIBAグループではこのNDIRを使ったIR-150シリーズをラインナップしている。これはLEDなど化合物半導体を作る原料であるトリメチルアルミニウム(TMAI)、トリメチルガリウム(TMGa)、トリメチルインジウム(TMIn)ジエチル亜鉛(DEZn)等の有機金属化合物用のインライン濃度モニタである。IR-150の主な仕様を表1に示した。IR-150は光路長が短く、濃度レンジも高い

ためプロセスへの供給濃度の制御よりも、原料ボトルの残量監視の用途に使われることが多い。そのアプリケーション例を図5に示す。

現在、これらのガスの低濃度測定に取り組んでいる。10 mセルを搭載したFTIRでは、ppmオーダの測定を実現している。そして次のステップとして、低濃度用NDIRの開発を開始したところである。また、他の有機金属化合物の濃度計測へも展開し、ラインナップの充実を図る予定である。

表1 IR-150 主な仕様

型式	IR-150S	IR-150L
対象ガス	TMAI, TMGa, TMIn, DEZn	
校正ガス	$\text{C}_3\text{H}_8$	
測定方式	赤外線分析法(NDIR法)	
測定セル長	5 mm	50 mm
再現性	$\pm 2\%$ FS	
応答性	40 s ( $T^{90}$ ) 20 s (標準例)	
測定圧力	0.05-0.15 MPa	
表示	100-5000 任意に設定	
出力信号	0-5 V	
使用温度	60 °C以下	
耐熱温度	70 °C以下	
接ガス材質	SUS-316L, サファイアガラス, 銀	
リークレート	$5 \times 10^{-12}$ Pa $\cdot$ m <sup>3</sup> /s (He)以下	
電源	AC 100 V	
外形寸法 高さ×幅×面間(mm)	153.5×37.5×107	163×36.5×158
質量	約1.0 kg	約1.7 kg
継手	1/4" VCR Male相当	

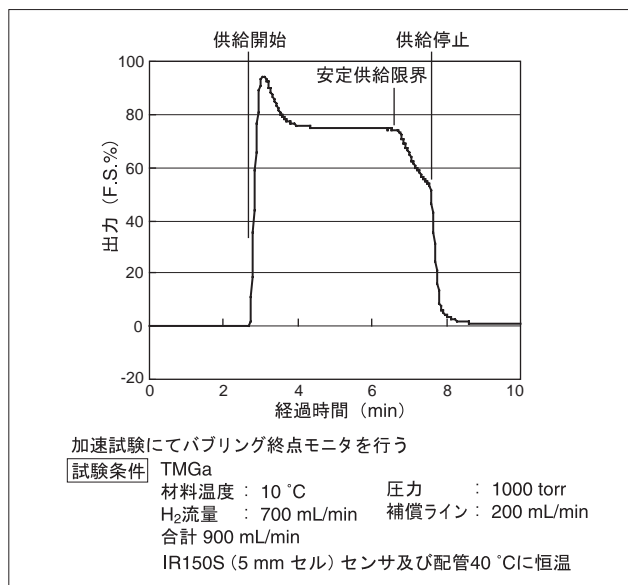


図5 TMGの原料ボトル残量監視

## 4 チャンバ内ガスモニタ

高真空のチャンバ内に残留しているガスを測定する方法として、四重極の質量分析計である残留ガス分析計 (Residual Gas Analyzer: RGA) がある。これについては、本号の別稿で詳しく解説されているので参照願う<sup>[3]</sup>。

また、常圧または低真空のチャンバ内で、ガスがどのように反応しているのか調べたいという要求も、寄せられることが多くなってきている。FTIRを使って、チャンバ直下の排気ラインから、測定用のラインを分岐させて測定することは行っているが、ウエハ上でのガス濃度の測定となると、まだ実現できていない。ウエハ上でどのようなガス反応が進行しているのかを測定することは、非常に興味があり有意義な測定と思われるので、今後装置開発をしていきたいと考えている。

## 5 クリーンルーム内雰囲気ガスモニタ

ここまでは装置のインライン中のガスモニタについて紹介してきたが、最後に装置外側のクリーンルームの雰囲気ガスモニタについて述べる。

### 5.1 作業環境監視モニタ

半導体工場のクリーンルームには、作業員の安全及び健康維持のために作業環境監視モニタが設置されている。それらは主に毒ガスの検知器であるが、毒ガスの中には検知器では類似ガスによる誤検知をするためモニタできない種類のガスも存在する。HORIBAでは、そのような場合に高い成分分離定量能力を有するFTIRを提供している。あるデバイスメーカーでは、サンプリング点を切り換えながらC<sub>3</sub>F<sub>8</sub>ガスの漏洩を監視するFTIRシステムが稼動している。

FG-100シリーズには、連続モニタリングを行うための専用のコントロールユニットFGC-10(図6)を用意している。これを使用すれば、パソコンを使わずに多点切替を行いながら、20成分までのガス成分を監視し、警報出力も行うことが可能である。但し、検知器に比べ応答速度は遅いため、目的に応じて使用方法や測定条件を十分検討しなければならない。



図6 連続モニタリング用コントローラ FGC-10

### 5.2 プロセス妨害ガスモニタ

三宅島の噴火により大量のSO<sub>2</sub>ガスが大気中に放出されたため、外気を導入していたクリーンルーム内のSO<sub>2</sub>濃度が上昇しプロセスに影響を与えたことは、記憶にある方も多いと思う。

HORIBAの大気汚染監視用測定装置AP-360シリーズは、クリーンルーム内でこのようなプロセスを妨害するガスの監視にも使われている。測定成分はSO<sub>2</sub>の他に、NO<sub>x</sub>, O<sub>3</sub>, CO, NH<sub>3</sub>, THC等が対応できる。

## 6 おわりに

HORIBAグループでは、このように半導体プロセスにおけるガス濃度モニタのさまざまなソリューションを提供している。しかし、効率化を追求する市場からの要求は多様化し、性能面でもより高感度化が必要となっている。今後は新しい測定原理の導入も行い、市場要求に応えられるソリューションの提供を続けたいと願っている。

### 参考文献

- [1] Adnan Adla, "Optimization of CVD processes through on site PFC monitoring by FT-IR gas analyzer system.", ISESH10th, オランダ (2003)
- [2] 佐竹 司, "MOCVD原料のFTIRによるガスフェーズ計測", HORIBA Readout No.22, 2001
- [3] 池田 亨, "超小型残留ガス分析計 PressureMaster RGAシリーズ", HORIBA Readout No.28, 2004



西村 克美

Katsumi Nishimura

半導体・科学システム統括部  
半導体システム開発部  
チームリーダー