

# Feature Article

特集論文

## 四重極アレイ構造による小型残留ガス分析装置の開発 —MICROPOLE System ～QLシリーズ～—

北浦 宏和

『MICROPOLE System』はFerran Scientific社(米国)からの知的財産権(IP権)取得に始まり、堀場エステックにて独自の設計要素を盛り込みつつ新たに開発した世界最小クラスの残留ガス分析計(RGA)である。

“真空の質”を管理するためには、イオンゲージなどによる到達真空の管理だけではなく、RGAなどにより存在するガス成分を含めモニタすることが重要となる。

RGAの歴史は古く、1950年代までにPaulら<sup>[1]</sup>により四重極質量分析技術としてその基礎が確立され、現代においても同様の原理を用いた商品が各社より発売されているが、主として、使用環境圧力が最大 $10^{-2}$ Paとあくまで高真空領域における使用に限られたものが多い。そのようななか、中真空(例えば $10^{-1}$ Pa以上)で使用できた場合、プロセスによっては排気状態での装置内残留ガスの測定のみならず、プロセス中であっても連続測定することが可能となる。

今回の開発では、Ferran Scientific社の超小型RGA“中真空領域でも測定可能なRGA”<sup>[2], [3]</sup>というコンセプトを引継ぎつつ更に品質や信頼性を向上し、加えて“PCレス(パソコン無し)で使用可能”という従来のRGAでは存在しなかったユーザフレンドリーなアイテムなどを多数盛り込んで製品化を行った。

### はじめに

微細化の一途をたどる半導体デバイスや近年、話題となっている太陽電池パネルの製造工程において、その品質要求を達成・維持するには、製造装置の維持・管理の中でも特に、日常的な“真空の質”の管理が重要な要素となる。その中で、四重極質量分析計の技術を応用した残留ガス分析計(Residual Gas Analyzer : RGA)は、システムメンテナンス時のリーク確認や到達真空の妨げになる残留水分を確認するだけでなく、プロセス中であっても膜質を劣化させる要因となる不純物が混入されていないことを、In-Situで確認する手段として幅広く利用されてきている。

本稿では、『MICROPOLE System』の基本原理である四重極質量分析計の測定原理の説明、機器構成、製品の特徴紹介に加え、代表的な使用例と今後の展開を述べる。

### 測定原理

#### 四重極質量分析計

四重極質量分析計(Quadrupole Mass Spectrometer : QMS)は、大きく分けてイオン化部、マスフィルタ部(四重極電極)、検出部から構成される。四重極質量分析計におけるイオン化の手法としては、フィラメントから放出された熱電子からのエネルギー移動にてガスのイオン化を起こす電子イオン化(electron ionization : EI)によるものが多く用いられている。マスフィルタ部は、4本の電極(一般的には数 mmの直径と300 mm程度の長さ)で構成されており、対向した2組の電極に直流電圧 $U$ と高周波電圧 $V$ を重ね合せた電圧 $\pm(U+V\cos\omega t)$ をそれぞれに印加する。印加する電圧 $U$ 、 $V$ を一定の比を保ったまま走査することで、特定の質量電荷比( $m/z$ )を持ったイオンのみが、安定した軌道を保ったまま通過することができるマスフィルタの役目を果たす。その後、フィルタを通過したイオンは、後段に設けられた検出器(Faraday Cupなど)を通してイオン電流として測定される。マスフィルタ電極への印加電圧と検出されたイオン電流の関係から、スペ

クトルパターンを得ることが出来る。<sup>[1], [6]</sup>

$$\Delta M = 4 \times 10^9 \quad V_z / (f^2 L^2) \quad : \text{Mass resolution}$$

$$M_{\max} = 7 \times 10^6 \quad V / (f^2 r_0^2) \quad : \text{Maximum mass}$$

- L : Rod長さ(m)
- $R_0$  : Rod内接円半径(m)
- $V_z$  : 加速電圧(V)
- V : 高周波電圧(V)
- f : 周波数(Hz)

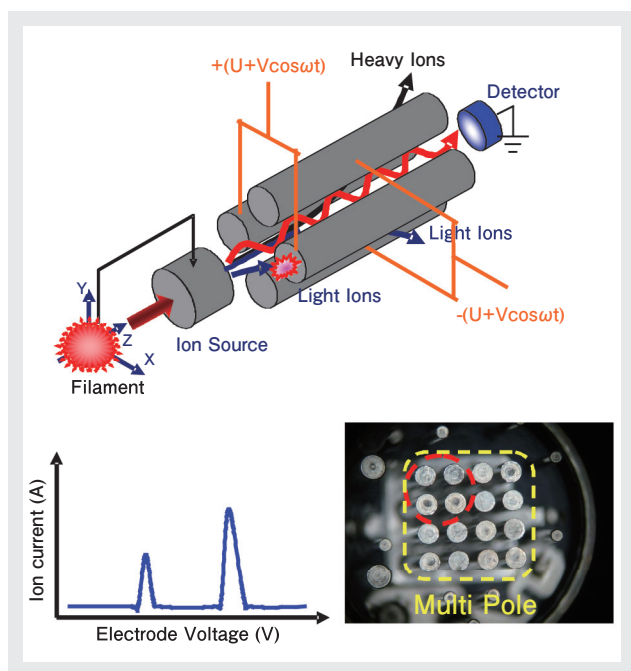


図1 RGAの基本構成と動作原理

## RGAセンサ

『MICROPLE System』に用いられているセンサは基本的には四重極型の構造ではあるが、著しい小型化を初め、従来のRGAとは異なる特異な構造をしている。

### ① マルチポール

本機にとって何よりも特徴的なのは、このマルチポールというセンサ構造にある。基本的には従来品と同様に四重極質量分析計の原理を応用したものであるが、Ferran Scientific社のR.J Ferranら<sup>[2], [3]</sup>により16本の電極を有する特異な構造に変えられたものである。電極長を従来の1/10程度まで縮小することで、ガスの平均自由行程および空間電荷効果による影響を軽減し、稼動圧力域を約2桁向上させ、中真空領域でも計測することができるよう設計している。また、小型化を図りながらも16本の電極により形成される9組相当の“四重極アレイ構造”を有することで、小型化による検出感度の低下を補完し、高真空領域においても十分な感度を得ていることが大きな特徴で

ある。

### ② コーティングフィラメント

フィラメント材料としてはタングステンが一般的ではあるが、タングステンは酸素を含む雰囲気での使用に対し弱い。本機ではフィラメント素線材料としてイリジウム(Ir)を用いている。ただ、イリジウム単体としてはフィラメントとしての効率(熱電子放出)が良くないため、イリジウム表面に酸化イットリウム( $Y_2O_3$ )をコーティングすることで効率を上げ酸化物フィラメントとして駆動させている。<sup>[5]</sup>

## 高周波回路(RF回路)

RGAを構成するもう一つの主要技術として“高周波回路”があり、RGAをマスフィルタとして原理通りに動作させるためにはセンサと共に主要な技術である。

測定原理としては、四重極電極に直流電圧と高周波電圧を重ね合わせた電圧を一定の比で印加、走査させることでマスフィルタとして動作するわけだが、制御電圧と実際の印加電圧の間に制御誤差があると、結果としてマススペクトルのピーク位置ズレに繋がってしまう。これを解消するために、本機では高周波回路の制御誤差を実際のガスピークを用いて補正を行い対応している。

## 構成

本機の主な構成は次の図2の通り。



図2 『MICROPOLE System』機器構成

主な構成パーツとしては、

- ① センサヘッド“MPA7シリーズ, SMPA7シリーズ”
  - ✓ RGA Sensor, RGAセンサ
- ② 高周波回路および信号処理、演算部を有する“QL-

## Feature Article 特集論文 四重極アレイ構造による小型残留ガス分析装置の開発

SG01シリーズ”

- ✓ Spectrum Generator, スペクトラムジェネレータ
  - ③ モニタならびに外部出力ポートを持つ“QL-MC01-1A”
    - ✓ Monitor Controller, モニタコントローラ
  - ④ 専用ソフトウェア“QL-MS01”
    - ✓ MICROPOLE SCANNER, マイクロポールスキャナ
  - ⑤ システム駆動のための電源“QL-PS01-1A”
- モニタユニットである“QL-MC01-1A”を介さず, “QL-SG01-xxx-1A”からパソコンに接続しモニタすることも可能であり, 用途に応じて組合せを選択することが出来る。

### 特徴

本機にはつぎのような特徴がある。

- ① チューニングフリー<sup>[4]</sup>  
個々のセンサヘッド(MPA7シリーズ, SMPA7シリーズ)に対して, 固有のコンバージョンファクタ(センサパラメータ)を持たせているため, センサ交換時の際など, 現場において改めて調整する必要がない。
- ② 3.5インチ Color LCD搭載(QL-MC01-1A)  
“QL-MC01-1A”は3.5インチ Color LCDを搭載している。表示形式としては数値データを表すテーブルグラフ(Table)の他に, バーグラフ(Bar), トレンドグラフ(Trend)の表示が可能であり, パソコンを使わず『MICROPOLE System』として独立させ使用することが出来る。
- ③ データ保存が可能(QL-MC01-1A)  
コンパクトフラッシュカード(最大:512M)を使うことで, スキャンしたデータを保存(自動保存も可能)させることが出来る。連続スキャンにより保存容量に空きが無くなった際は, 自動的に過去のファイルを消去することで, 常に最新のファイルを保存しておくことが出来る。
- ④ 高圧対応(中真空における測定が可能)<sup>[4]</sup>  
スパッタ装置の動作ガス圧(0.1 Pa程度)でも測定可能
- ⑤ ガス放出を低減<sup>[4]</sup>  
センサの構成部品にはセラミックなどを用いることなく, エッチングパーツによる総金属部品により配線加工を行っている。
- ⑥ 外部信号読み込み(QL-SG01シリーズ)  
“QL-SG01シリーズ”は外部信号の読み込みポート(0-10V, 1ch)を持っている。この信号を用いることで急激な圧力

上昇時にRGAのフィラメントを自動消灯させる“インターロック”として機能させることが出来る。また, 下限の閾値に対しては自動点灯するため, スキャンの開始後の停止/再開をリモートコントロールとして行うことが出来る。

#### ⑦ 外部ポート(QL-MC01-1A)

“QL-MC01-1A”は各種出力, 制御に使用可能な外部ポートを持っている。

- ・アナログ出力 各5ch(指数出力, 仮数出力), 対数出力なども可能
- ・ロジック出力 各5ch(上限閾値, 下限閾値), オープンコレクタ方式
- ・外部制御 1ch(OFF:1.5V以下, ON:12-24V)

### 応用例

#### 導入ガスのモニタ

一般的な真空計とは異なり, ガス成分の分析を行うことが出来る。その一例として大気導入例を図3に示す。真空計としての圧力測定のみならず, ガス混合比の変化などをモニタすることに使用できる。

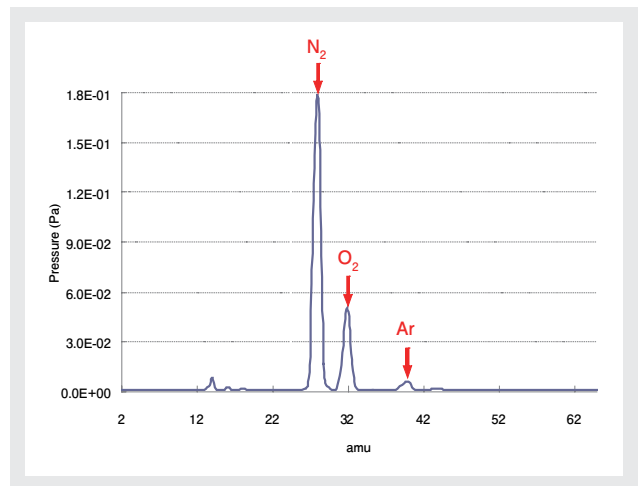


図3 大気導入によるスペクトル

#### ガス導入量の増減

ガス分圧の制御をトレンドグラフにてモニタした例として, 図4に一定のN<sub>2</sub>導入量にてO<sub>2</sub>導入量を減らしたものを示す。例えばN<sub>2</sub>やO<sub>2</sub>の残留量を日常的にモニタすることで, 使用しているガスラインのリーク検知などに使用できる。

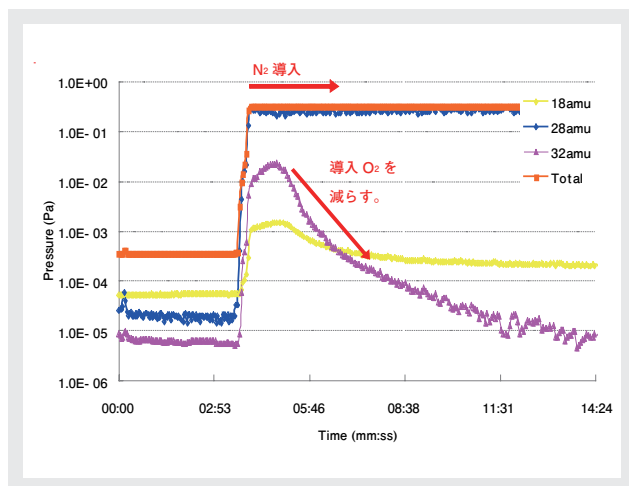


図4 ガス導入量を変化させた様子

## 装置内の残留ガス測定

残留水分がプロセスガスと反応し、副生成物、パーティクルの原因となり、製膜プロセスの品質に影響を与える場合には、残留水分の管理が必要となる。

そこで、チャンバ内の状態監視や、定期メンテナンス後などにおいて、 $H_2O$ などをモニタすることにより装置のダウンタイムを最短時間にすることが出来る。

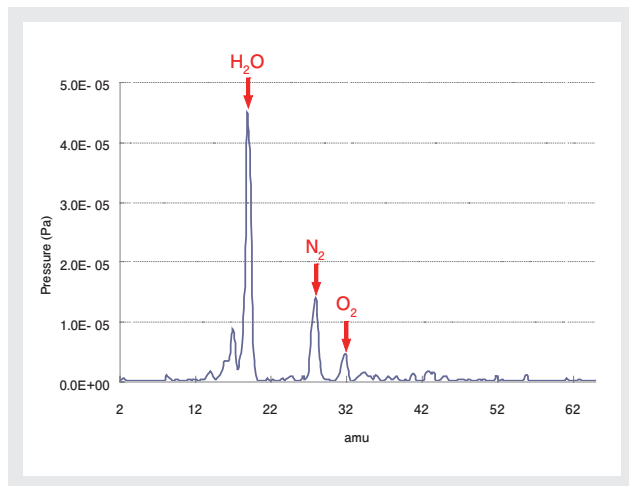


図5 真空排気初期状態(水分が多く残留)

例えば、図5は真空装置の排気初期状態を示しており、このようなスペクトルから真空装置内に主として水分が残留していることが分かる。

## プロセスモニタとしての分圧管理

使用部品からのガス放出(加熱による脱ガス)などをモニタすることも可能であり、日常的なプロセスの品質管理ができる。

一例として、図6に真空装置内に置かれたサンプルからガス(ここでは主に水分)が放出する様子を示す。

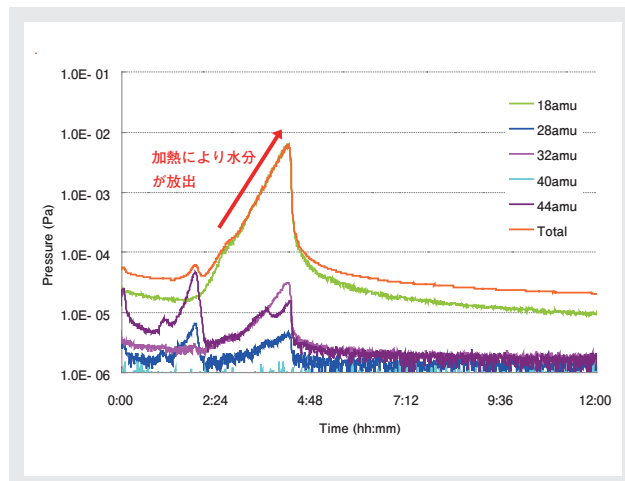


図6 サンプル加熱による脱ガス(水分が放出されている)

## 代わりに

四重極質量分析計の技術確立から50余年を経て、かつては専門の技術者がそのスキルの元に扱っていたRGAも最近では非常にシンプルかつ使い勝手の良い製品が市場に増えてきた。今回、開発したRGAもその流れを追及したものであり、各フィールドにおいて日常的に“真空の質”を管理するために役立つものと期待している。

特に中真空領域( $10^{-1}$ Pa程度)からの測定においては、従来は高真空用ポンプを組み合わせた差動排気などの特殊な付加設備を必要としたが、今回開発したRGAは差動排気を用いずとも測定が可能であり、システムとして大幅なコスト削減に寄与することができる。

今回質量分析計を自社開発することで、半導体分野にとどまらず、更なる新事業の開拓に繋がることを目指している。

今後は、これまでに培ってきた最先端のマスフローコントローラ(MFC)によるガス導入技術に加え、複雑化する半導体プロセスの統合制御を目的としたAdvanced Process Control(APC)の主要な構成機種とすべくRGAの開発・改良を進め、さらにはMFC分野で培ったユーザーとの改善活動を通し、よりリーズナブルな製品展開を図る予定である。



## 参考文献

- [1] P. H. Dawson, QUADRUPOLE MASS SPECTROMETRY AND ITS APPLICATIONS, American Vacuum Society Classics; AIP PRESS (1995)
- [2] R. J. Ferran and S. Boumsellek, High-pressure effects in miniature arrays of quadrupole analyzers for residual gas analysis from  $10^{-9}$  to  $10^{-2}$  Torr; Journal of Vacuum Science and Technology, A 14(3), May/June 1996
- [3] S. Boumsellek and R. J. Ferran, Trade-offs in Miniature Quadrupole Designs; Journal of American Vacuum Society, Mass Spectrom 2001, 12, 633-640.
- [4] 池田亨, 超小型残留ガス分析計Pressure Master RGAシリーズ; Read Out No.28, March 2004
- [5] 高木, 電子・イオンビーム工学; 電気学会, オーム社(1995)
- [6] J. H. グロス, マススペクトロメトリー; シュプリンガー・ジャパン(2007)



**北浦 宏和**

Hirokazu Kitaura

株式会社堀場エステック  
開発本部 VEGA プロジェクト  
ジョブリーダー