

環境モニタリング用小型センサ

Compact Sensor for Environmental Monitoring

あらまし

本稿では、雰囲気中に含まれる微量物質を簡便に検出する技術を紹介する。半導体集積回路の製造工程において、雰囲気中の微量の汚染物質がウエハに付着すると製造不良になることがある。そのため、著者らは汚染の原因を調べる手段の一つとして、QCM (Quartz Crystal Microbalance) を用いた汚染センサを開発して使用している。本センサを用いた検出方式は高感度であり、雰囲気中の汚染物質濃度の時間変化を追跡するのに適している。半導体工場の中の汚染物質の挙動を調べることで汚染源を特定して排除できることから、製造コストの低減と品質の向上に役立つ。またセンサは小型なので工場内の様々な場所やウエハ容器内などに容易に設置できる。コントローラも小型でありノートPCなどのUSB端子に接続するだけで使用できることから、機動性に優れている。そのため半導体工場のみならず、ほかの環境測定への応用も期待できる。

Abstract

This report describes a simple means of detecting trace amount of substances in the atmosphere. In the fabrication processes for semiconductor large scale integrated circuits (LSIs), production defects occur if gas phase contaminants in the atmosphere stick to the wafer being processed. To overcome this problem, we have developed and are currently applying a contamination sensor that uses a quartz crystal microbalance (QCM) to detect such contamination sources. The detection system using this sensor has high sensitivity and is well suited to tracking the time-varying concentration of an atmospheric contaminant. Investigating the behavior of contaminants in a semiconductor LSI fabrication plant makes it possible to identify contamination sources and eliminate them. Therefore, this sensor system should be effective in lowering production costs and improving product quality. Moreover, the sensor is compact, so it can be easily installed, for example, at various locations around a plant and in the wafer container. Besides being compact, the QCM controller is easy to use and offers outstanding portability: it simply needs to be plugged into the universal serial bus (USB) port of a device such as a notebook personal computer. As a result of these features, we expect that this sensor will not only be used in semiconductor fabrication plants but also be applied to other kinds of environmental measurement.



高須良三 (たかす りょうぞう)
基盤技術研究所環境技術研究部
所属
現在、環境技術の研究開発に従事。

まえがき

半導体LSIの集積度が上がるにつれて、ウエハの環境制御が重要性を増している。雰囲気から汚染物質がウエハに付着する（ケミカルコンタミネーション）と、製造不良を起こすおそれがあるからである。集積度が上がるほど汚染には敏感になるとされており、国際半導体技術ロードマップ2007年度版⁽¹⁾には、今後正確かつ繰り返し使用できるリアルタイムの汚染センサの必要性が増すことが書かれている。最近では局所クリーン化でFOUPやSMIF Podといったウエハ容器が使用されるようになったが、それでも雰囲気由来のケミカルコンタミネーション問題は排除しきれず、むしろウエハ容器という閉鎖空間に収められるようになったため、ウエハ環境の分析は逆に困難になったと言える。

そのため、ウエハ環境の分析用センサの開発を目的として、著者らはQCM（Quartz Crystal Microbalance）に着目した。水晶振動子表面に物質が吸着すると振動子の質量が変化するため、発振周波数が変化する。この変化を周波数カウンタで測定すれば、吸着した物質の質量が分かる。すなわち水晶振動子は吸着型の雰囲気センサとして使用できる、というのがQCMの原理である。

一般に、雰囲気の分析を行うには、ポンプで空気を吸引して汚染物質を濃縮した後、イオンクロマトグラフィやガスクロマトグラフィ・質量分析法などで分析を行う。この方法ではサンプリングに時間を要するうえ、サンプルを分析装置のあるところまで運搬する必要があり、結果が出るまでに多くの時間を要する。その点QCMセンサは以下の特長を持っており、汚染の分析に有用な道具となる。

- (1) リアルタイムでの測定が可能
 - (2) 高感度
 - (3) 測定システムの安価な構成が可能
 - (4) 機械的動作部分がないため、パーティクル発生^{せい}の心配が不要
 - (5) センサを小型化できるため、ウエハ容器のような狭隘^{せまい}な空間に挿入しての使用が可能
- 本稿では、QCMの原理から装置、計測の実例を紹介する。

原理

1959年、Sauerbreyは水晶振動子の表面に物質が吸着したときの発振周波数の変化が次の式で表せることを示した⁽²⁾

$$\Delta f = -\frac{f^2 \Delta m}{N \rho_0 F}$$

ここで Δf は吸着による発振周波数変化、 f は吸着前の発振周波数、 Δm は吸着による質量変化、 N は周波数定数（ATカット水晶の場合0.167 MHz mm）、 ρ_0 は水晶振動子の密度（2.65 g cm⁻³）、 F は水晶振動子の表面積である。すなわち、発振周波数の変化は、吸着量に比例する。25 MHzの水晶振動子を用いるならば、 Δf の1 Hzは約1 ng cm⁻²の吸着量に相当する（1 ng=10⁻⁹ g）。9桁程度の分解能と安定性を持つ周波数カウンタは容易に構成できるため、QCMでは1 cm²あたりサブナノグラムの吸着を検出することが可能である。

装置

開発したQCMシステムの外観を図-1に示す。コントローラは外形が120×100×40 mm、質量は390 gと小型・軽量であり、ノートPCなどのUSB端子に接続して使用する。電源はPC本体から供給される。センサには水晶振動子を使用し、センサを含むセンサユニットは長さ3 mのケーブルでコントローラと接続する。センサユニットは5個まで同時に使用できる。

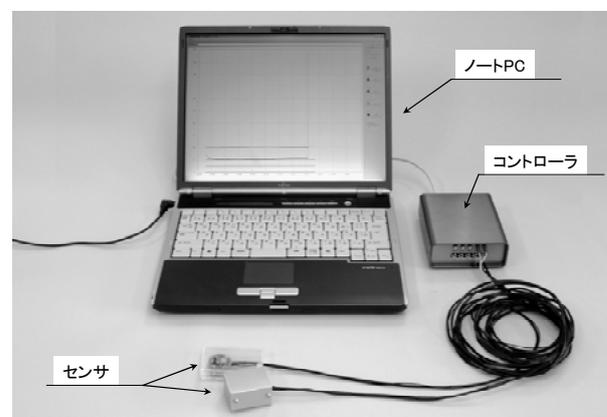


図-1 QCMシステムの外観
Fig.1-QCM sensing system.

センサユニットには、設置方法やセンサ表面の材質によっていくつかの種類を用意した。一つは図-1に示すように室内に設置するものである。もう一つは、図-2に示したようにウエハ容器などの閉鎖空間に挿入するもので、直径2.5 cm、厚さ9 mmと小さく、ウエハがフルに装填された容器内でも設置できる。容器内外の接続にはフレキシブルフラットケーブル（厚さ約0.1 mm、幅6 mm、長さ30 cm）を使用し、ウエハ容器の本体と蓋の間を通す。ウエハ容器の改造は不要であり、ケーブルは十分薄いのでOリングのシール性には影響を及ぼさない。

測定の実例

● 工場内環境の測定

ある工場内で、薬品を多く使用するエリアでの測定例と薬品を使用しないエリアでの測定例を紹介する。

(1) 薬品を多く使用するエリアでの測定例

二つの建屋A、Bの、薬品を多く使用するエリアにセンサを設置して、約50日間にわたって測定を行った結果を図-3に示す。建屋A、Bでの結果が図-3 (b) のそれぞれ (1) (2) であるが、どちらの建屋でも吸着量は単調に増加している。吸着量の傾きから吸着速度を計算すると、表面に銀 (Ag) を使ったセンサの場合、建屋A、Bともに約40 ng cm⁻² day⁻¹であった。これは、そのエリアで使用している薬品が吸着していると推測できる。それぞれの曲線をよく見ると、随所に盛り上がりが見られる。この盛り上がりは両方の建屋で同時に見

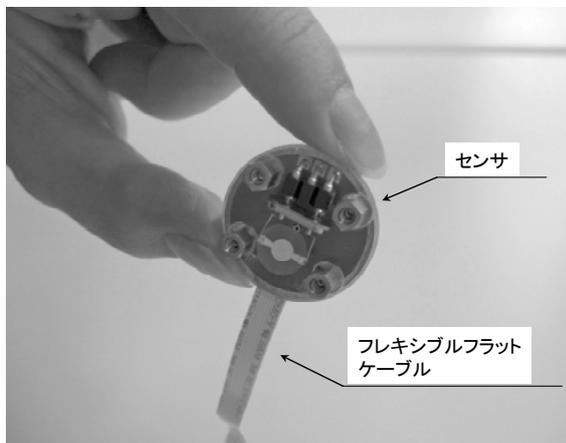
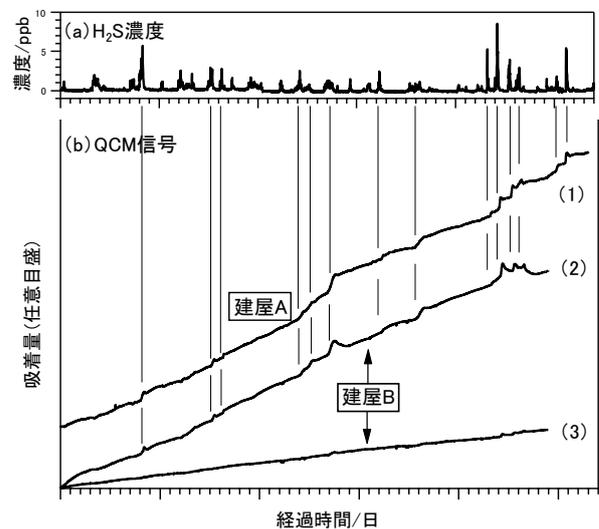


図-2 閉鎖環境用センサ
Fig.2-QCM sensor designed for air tight vessel.

られることから、工場外から何かが侵入したことが疑われる。地元の自治体が行った大気汚染モニタリングデータの中から硫化水素 (H₂S) の濃度を抜き出して図-3 (a) にプロットすると、硫化水素濃度の高いところが吸着量の盛り上がりと時間的に一致していることが分かる。硫化水素は水への溶解度が低いため、外気取入口のエアワッシャ（空気洗浄装置）でほとんど除去されずに工場内に侵入していると考えられる。この工場では、硫化水素が製品に触れないように対策がとられているため問題はないが、外気からの侵入には注意が必要である。一方、表面が金 (Au) のセンサを使用したときの吸着量変化を図-3 (b) の (3) に示す。Ag表面の場合に比べると吸着速度は小さく、硫化水素による変化も現れていない。このように、センサ表面の材質を変えることにより、検出対象をある程度絞り込むことが可能である。

(2) 薬品を使用しないエリアでの測定例

先の例と同じ工場の薬品を使用しないエリアで、熱処理装置の周囲の環境を数日間測定した結果を



(a) 工場外で測定された硫化水素 (H₂S) 濃度。地元の自治体が公表したデータに基づく。(b) 工場内に設置したQCMの信号。(1) (2) はそれぞれ異なる建屋A・BにおいてAg表面のセンサで測定したもの。(3) は(2)と同じ位置でAu表面のセンサを用いて測定した。計測期間は50日間である。

図-3 工場内での計測例

Fig.3- Example of QCM measurement in Fujitsu plant for about 50 days. (a) Concentration of atmospheric hydrogen sulfide (H₂S) measured outside of the plant. (b) (1,2) QCM frequency curves taken in two different buildings of the plant with silver-surfaced sensor. (3) QCM frequency curves taken with gold-surfaced sensor at the same point as (2).

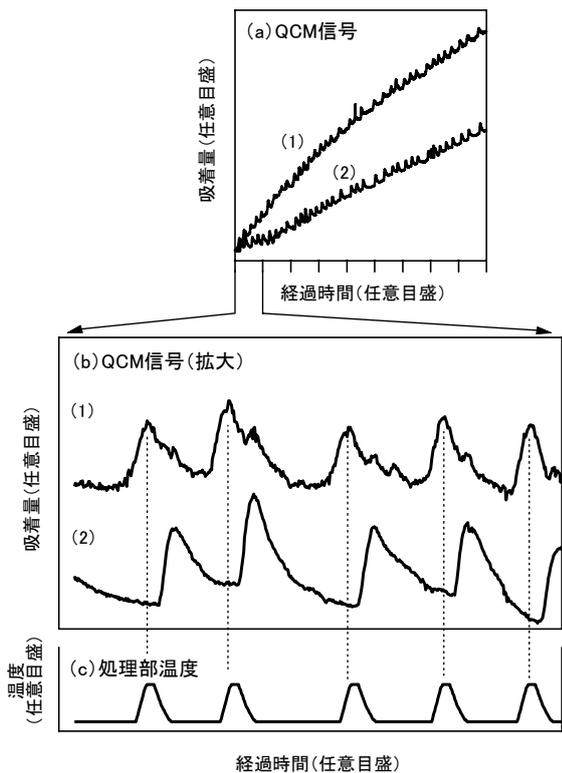
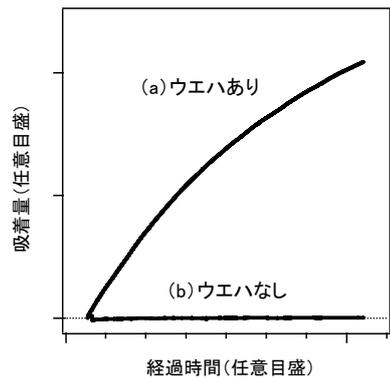


図-4 ある処理装置の近傍にセンサを設置したときの測定結果

Fig.4-QCM frequency curves of the sensors set in the vicinity of thermal process equipment.

図-4 (a) に示す。(1) は装置の上部に設置したものの、(2) は装置の下部に設置したものである。先の例と同様に吸着量は単調に増加しているが、吸着速度は14または7 ng cm⁻² day⁻¹であり、薬品を使用していないため先の例より清浄な環境であると言える。これらの吸着量曲線をよく見ると、小さなスパイク状の変化が多数あることに気づく。これを拡大したものが図-4 (b) である。分かりやすくするために、単調増加する傾きは差し引いてプロットした。(1) と (2) の変化に一定の時間的ずれがある。装置の稼働記録を基に、装置内の炉の温度を模式的にプロットしたもの {図-4 (c)} と比較すると、(1) の装置上部のセンサで吸着量が増加する時刻と、炉の温度が上昇する時刻が一致している。よって、装置筐体に蓄積した炭化水素や塗料などが炉の熱により脱離して周囲に放出されたと考えられる。一方、(2) の装置下部のセンサにおける吸着量上昇は、熱処理を終えた高温の製品が炉から下ろされる時刻に対応しており、ここでも熱によって物質が放出されていると考えられる。



(a) 処理を終えた直後のウエハを入れた容器
(b) ウエハを入れていない容器

図-5 センサをウエハ容器の中に入れて測定した結果
Fig.5-QCM frequency curves measured in wafer vessels. (a) Measured in vessel with wafers just after chemical process (b) Measured in vacant vessel.

このセンサでは、吸着した物質の特定はできないが、ほかの分析結果や装置稼働記録などと照合することによって、汚染源に関する情報をリアルタイムで得られるのが重要なメリットとなる。

● 閉鎖空間の測定

一般に、雰囲気分析には、空気をサンプリングし、含まれる物質を吸着剤上に捕集して行う。そのため、ウエハ容器のような閉鎖空間の雰囲気分析は難しい。その点QCMセンサは小型であるため、ウエハ容器に容易に挿入して使用できる。図-2の閉鎖空間用センサを用いて、ウエハ容器内で測定を行った例を図-5に示す。洗浄したウエハ容器を2個用意し、一方には化学処理を終えた直後のウエハを収め、もう一方にはウエハを入れずに、双方にQCMセンサを挿入して内部環境を測定した。処理後のウエハの入っている容器 (a) では時間の経過とともに吸着量が増大しているが、何も入れていない容器 (b) では変化がない。この現象から、処理で使用した薬品がウエハ表面に残留しており、それがウエハ容器内に放出されていることが疑われる。時間の経過とともに傾きが減少していることから、放出量は徐々に減っている。

このQCMセンサでは定性分析はできないが、使用後のセンサ表面をXPSやSIMSといった方法で表面分析を行えばQCMと相補的な情報が得られる(あらかじめ清浄な金属板をセンサと並置しておき、それを分析してもよい)。しかし、それはあくまで

補助的な情報であり、QCMのメリットは、狭い閉鎖空間であっても雰囲気をリアルタイムで手軽に知ることができる点にある。

む す び

本稿では、水晶振動子という一般的なデバイスを使って、雰囲気中の化学物質をリアルタイムかつ高感度に検出する技術について述べた。本技術は、川崎市が実施した知的財産戦略推進事業を通じてタカネ電機株式会社に特許のライセンスを行っており、同社を通じて販売する予定である^③

QCMは有用なツールであるが、定性分析がほとんどできない欠点がある。今後は、感度に選択性を持たせるとともに、一般環境で使えるセンサとして発展させたい。

参考文献

- (1) International Technology Roadmap for Semiconductors 2007 Edition Yield Enhancement.
http://www.itrs.net/Links/2007ITRS/2007_Chapters/2007_Yield.pdf
- (2) Günter Sauerbrey : Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung. *Zeitschrift für Physik*, Vol.155, Issue 2, p.206-222 (1959).
- (3) プレスリリース：タカネ電機株式会社が富士通株式会社の「雰囲気分析装置」等を技術導入。
<http://pr.fujitsu.com/jp/news/2009/07/7.html>