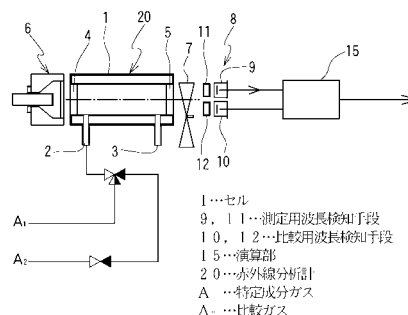




【特許請求の範囲】

【請求項 1】

特定成分ガスの測定用波長、および、特定成分ガスによる吸収がないかあるいは無視できる程度の吸収しかない比較用波長の二種類を、それぞれ検知する測定用波長検知手段、および、比較用波長検知手段を備えており、前記比較用波長のうち、前記測定用波長にできるだけ近い吸収波長を有するものが比較ガスとして選択されており、更に、特定成分ガスを赤外線分析計のセルに導入したときには、前記比較用波長検知手段より出力される比較波長信号に測定時ゲインを乗じたものから前記測定用波長検知手段より出力される測定波長信号を引き算して光源光量等の赤外線分析計の検出感度に影響する要素を除去した特定成分ガスの濃度測定信号を演算する一方、既知濃度の前記比較ガスを前記セルに導入したときには、前記測定波長信号に校正時ゲインを乗じたものから前記比較波長信号を引き算して光源光量等の赤外線分析計の検出感度に影響する要素を除去した前記比較ガスの濃度比較信号を演算する機能と、特定成分ガスと前記比較ガスの前記セルへの導入を相互に切替える信号切換処理機能とを有する演算部を備えたことを特徴とする赤外線分析装置。

【請求項 2】

前記演算部は、特定成分ガスを半導体プロセスのガス供給側に導入する測定作業に先立って、信号切換を数回繰り返して得られた前記濃度測定信号および濃度比較信号に基づいて特定成分ガスと前記比較ガスの濃度検量線を作成する機能と、測定作業時において既知濃度の前記比較ガスを前記セルに導入して得られる前記濃度比較信号と前記濃度検量線とに基づいて赤外線分析計の校正の要否を判断する機能とを有する請求項 1 に記載の赤外線分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、赤外線分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

光源からの赤外線が、特定成分ガスを含む試料ガスが導入されたセルを通過するようにして、そのとき得られる特定成分ガスの固有吸収波長の赤外線のエネルギーに比例した信号（測定信号）と、特定成分ガスによる吸収がないかあるいは無視できる程度の吸収しかない波長の赤外線のエネルギーに比例した信号（比較信号）との差を増幅して、測定用波長（固有吸収波長）の赤外線の吸収量から特定成分ガスの濃度を求めるようにした赤外線分析装置においては、定期的にゼロ校正とスパン校正とを行う必要がある。

【0003】

そして、上記赤外線分析装置においてゼロ校正とスパン校正とを行うのに、従来は、セル内にゼロガスを導入して指示が安定した後、ゼロ点調整を行い、次いで、ガスボンベで供給されるスパンガス（所定の既知濃度の特定成分ガス）をセル内に導入して指示が安定した後、スパン調整を行っている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、半導体プロセスのガス供給側に導入され、半導体装置の製造に用いられるガスの多くは、ガスボンベで容易に供給されないものであり、その場合には校正手段がない。

【0005】

この発明は、前記の点に留意してなされたものであり、その目的は、特定成分ガスの校正用ガスが、ガスボンベで容易に供給されないガス種である場合において、測定とともに校正も行える赤外線分析装置を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】

前記課題を解決するために、この発明の赤外線分析装置は、特定成分ガスの測定用波長、

および、特定成分ガスによる吸収がないかあるいは無視できる程度の吸収しかない比較用波長の二種類を、それぞれ検知する測定用波長検知手段、および、比較用波長検知手段を備えており、前記比較用波長のうち、前記測定用波長にできるだけ近い吸収波長を有するものが比較ガスとして選択されており、更に、特定成分ガスを赤外線分析計のセルに導入したときには、前記比較用波長検知手段より出力される比較波長信号に測定時ゲインを乗じたものから前記測定用波長検知手段より出力される測定波長信号を引き算して光源光量等の赤外線分析計の検出感度に影響する要素を除去した特定成分ガスの濃度測定信号を演算する一方、既知濃度の前記比較ガスを前記セルに導入したときには、前記測定波長信号に校正時ゲインを乗じたものから前記比較波長信号を引き算して光源光量等の赤外線分析計の検出感度に影響する要素を除去した前記比較ガスの濃度比較信号を演算する機能と、特定成分ガスと前記比較ガスの前記セルへの導入を相互に切換える信号切換処理機能とを有する演算部を備えたことを特徴とする。 10

【0007】

【発明の実施の形態】

以下にこの発明の実施の形態について説明する。なお、この発明はそれによって限定されるものではない。

【0008】

図1～図4は、この発明の一実施形態を示す。

【0009】

図1は、いわゆる1光源1セルタイプの赤外線分析計20を備えた赤外線分析装置の概略構成を示している。図2は、赤外線分析装置の使用環境を示す。また、図3(A)は、半導体プロセスにおけるガスの供給状態を示し、図3(B)は、その拡大部分を示している。 20

【0010】

図4は、校正用ガスが容易に供給できない、例えば $1350\text{ cm}^{-1} \sim 1400\text{ cm}^{-1}$ の測定用波長を有する特定成分ガス(測定対象ガス) A_1 の赤外線吸収スペクトルQと、前記特定成分ガス A_1 による吸収がないかあるいは無視できる程度の吸収しかなく、かつ、前記測定用波長にできるだけ近い吸収波長(例えば $880\text{ cm}^{-1} \sim 920\text{ cm}^{-1}$)を有する比較ガス A_2 の赤外線吸収スペクトルPとを示す。この実施形態では、半導体装置に用いられる成膜の原料となる粉体の $Pb(DPM)_2$ を昇華させて特定成分ガス A_1 を発生させている。また、この実施形態では、上記条件に当てはまる比較ガス A_2 として NF_3 ガスを用いている。 30

【0011】

図1において、1は、赤外線分析計20のセルで、ガス導入口2、ガス導出口3を備え、両端部に赤外線透過性のセル窓4、5が形成されている。6は、このセル1の一方のセル窓4の外方に設けられた赤外線を発する光源で、この光源6からの赤外線はセル1内を通過して後述する検出部8に入射するようにしてある。図5には、用いる光源6の光量特性が示されている。Lは、光量特性曲線である。なお、赤外線分析計20として、非分散型赤外線分析計を用いている。

【0012】

7は、セル1と検出部8との間に設けられた変調用のチョッパで、図外の駆動機構によって回転するように構成されている。なお、変調用のチョッパ7をセル1と光源6との間に設けてもよい。 40

【0013】

8はセル1の他方のセル窓5の外方に設けられた検出部で、互いに並列に配置された比較波長検出器10と測定波長検出器(測定用波長検知手段)9とより主としてなる。測定波長検出器9は、特定成分ガス A_1 が吸収する $1350\text{ cm}^{-1} \sim 1400\text{ cm}^{-1}$ の測定用波長の赤外線を透過させるバンドパスフィルタ11を備えており、透過した赤外線エネルギーに比例した測定波長信号(以下S信号という)を出力する。また、比較波長検出器10は、特定成分ガス A_1 による吸収がないかあるいは無視できる程度の吸収しか 50

く、かつ、前記測定用波長にできるだけ近い $880\text{ cm}^{-1} \sim 920\text{ cm}^{-1}$ の比較用波長の赤外線を通過させるバンドパスフィルタ 12 を備えており、透過した赤外線エネルギーに比例した比較波長信号（以下 C 信号という）を出力する。そして、比較波長検出器 10 とバンドパスフィルタ 12 とから、比較用波長を検知する比較用波長検知手段が構成され、また、測定波長検出器 9 とバンドパスフィルタ 11 とから、測定用波長を検知する測定用波長検知手段が構成される。

【0014】

ところで、一般に赤外線分析計などの各種分析計は、検出部、増幅部などの温度ドリフトあるいは経時変化によって生ずる誤差を補正するために、測定を行うに際してはその測定作業に先立って、分析計のゼロ調整およびスパン校正を行う必要がある。そして、所定の既知濃度の特定成分ガス（測定対象ガス）の校正用ガスをガスボンベ等からセルに供給することでスパン校正が行われる。

【0015】

しかし、上述したように、校正用ガスがガスボンベによって容易に供給されないガスである場合は、校正手段がない。この発明は、特定成分ガス A_1 の校正用ガスを容易に供給できない場合の近似波長を有する校正用ガスが収容されているガスボンベを使って校正できるようにしたものである。

【0016】

すなわち、この発明は、校正用ガスがガスボンベによって容易に供給されない、例えば $Pb(DPM)_2$ を昇華させてなるガス A_1 を測定対象とする赤外線分析計を持つ赤外線分析装置であって、この赤外線分析装置は、例えば $1350\text{ cm}^{-1} \sim 1400\text{ cm}^{-1}$ の測定用波長と、例えば $880\text{ cm}^{-1} \sim 920\text{ cm}^{-1}$ の比較用波長の二種類を検知する手段として、前記測定用波長検知手段、比較用波長検知手段を持っている。

【0017】

そして、この発明では、測定用波長と比較用波長の二波長を用いて、特定成分ガス A_1 の濃度測定信号 C と比較ガスの濃度比較信号 D を演算するよう構成されている。

【0018】

15 は、その演算部で、特定成分ガス $[Pb(DPM)_2 \text{ を昇華させてなるガス}] A_1$ の濃度測定信号を演算するとともに、前記比較ガス (NF_3) A_2 の濃度比較信号を演算する機能を有し、また、特定成分ガス A_1 と前記比較ガス A_2 の前記セル 1 への導入を例えば三方電磁弁 33 によって相互に切換える信号切換処理機能を有し、更に、信号切換を数回繰り返して得られた前記濃度測定信号 C および濃度比較信号 D に基づいて特定成分ガス A_1 と前記比較ガス A_2 の濃度検量線を作成する機能を有し、また、測定作業時において既知濃度 D の前記比較ガス A_2 を前記セル 1 に導入して得られる前記濃度比較信号 D' と前記濃度検量線とに基づいて赤外線分析計 20 の校正の要否を判断する機能を有する。

【0019】

更に、濃度測定信号 C の演算は、特定成分ガス A_1 を赤外線分析計 20 のセル 1 に導入した状態で、前記比較用波長検知手段 10, 12 より出力される C 信号に測定時ゲイン G_x を乗じたものから前記測定用波長検知手段 9, 11 より出力される S 信号を引き算するよう行われる。

すなわち、 $G_x \times C \text{ 信号 } (880\text{ cm}^{-1} \sim 920\text{ cm}^{-1})$

$- S \text{ 信号 } (1350\text{ cm}^{-1} \sim 1400\text{ cm}^{-1}) = \text{濃度測定信号}$

… (1) である。

【0020】

また、濃度比較信号 D の演算は、既知濃度の前記比較ガス A_2 を前記セル 1 に導入した状態で、前記 S 信号に校正時ゲイン G_c を乗じたものから前記 C 信号を引き算するよう行われる。

すなわち、 $G_C \times S$ 信号 ($1350\text{ cm}^{-1} \sim 1400\text{ cm}^{-1}$)
 $-C$ 信号 ($880\text{ cm}^{-1} \sim 920\text{ cm}^{-1}$) = 濃度比較信号
 … (2) である。

【0021】

そして、これら演算にあたり、演算前に予め、特定成分ガス A_1 と比較ガス A_2 の信号強度比を求め、測定時ゲイン G_X および校正時ゲイン G_C を最適化しておくのが好ましい。

【0022】

なお、測定用波長と比較用波長の二波長を用いて、特定成分ガス A_1 の濃度測定信号 C と比較ガスの濃度比較信号 D を演算するのは、光源 6 から発せられる赤外線光量が、図 5 に示すように、特定成分ガス A_1 による吸収信号量 50、ならびに、比較ガス A_2 による吸収信号量 51 の 10～100 倍と極端に大きいことから、測定用波長帯として例えば $1350\text{ cm}^{-1} \sim 1400\text{ cm}^{-1}$ を選択するとともに、そのときの光量検出用波長を例えば $880\text{ cm}^{-1} \sim 920\text{ cm}^{-1}$ に選択性を持つバンドパスフィルタ 11 で検出し、かつ、前記 (1)，(2) 式に示したように差をとることによって、光源光量等の赤外線分析計の検出感度に影響する要素を除去できるからである。

【0023】

而して、赤外線分析装置を介して半導体プロセスにおける CVD チャンバー内に特定成分ガス A_1 を流す測定作業に先立って、特定成分ガス A_1 と前記比較ガス A_2 の濃度検量線を作成する。

【0024】

この場合、粉体の $Pb(DPM)_2$ が収容された容器 52 をヒータで加熱することにより、 $Pb(DPM)_2$ を昇華させて特定成分ガス A_1 を発生させながら、三方電磁弁 33 を測定ライン 70 の側に切換えた状態でセル 1 内に、 Ar をキャリアガスとして特定成分ガス A_1 を導入し、これに光源 6 からの赤外線を投射してチョッパ 7 によって変調を行う。

【0025】

特定成分ガス A_1 を流しているので、前記 (1) 式から濃度測定信号 C を得ることができ

【0026】

その後、セル 1 のパージを行って三方電磁弁 33 を測定ライン 70 から比較ガス供給ライン 80 の側に切換える。これら二つの切換えは、演算部 15 が行う。

【0027】

切換後セル 1 内に、既知濃度の比較ガス A_2 を導入し、これに光源 6 からの赤外線を投射してチョッパ 7 によって変調を行う。

【0028】

比較ガス A_2 を流しているので、前記 (2) 式から濃度測定信号 D を得ることができる。

【0029】

信号切換を数回繰り返して得られた濃度測定信号 C ， D から特定成分ガス A_1 と前記比較ガス A_2 の濃度検量線を作成できる。

【0030】

次に、赤外線分析装置を介して CVD チャンバー内に特定成分ガス A_1 を流す測定作業を行う。

【0031】

セル 1 内に特定成分ガス A_1 を導入し、これに光源 6 からの赤外線を投射してチョッパ 7 によって変調を行う。

【0032】

10

20

30

40

50

特定成分ガス A_1 を流しているので、前記 (1) 式から濃度測定信号 C を得る。

【0033】

その後、セル 1 のパージを行って三方電磁弁 33 を測定ライン 70 から比較ガス供給ライン 80 の側に切替える。これら二つの切替えは、演算部 15 が行う。

【0034】

切替後セル 1 内に、既知濃度の比較ガス A_2 を導入し、これに光源 6 からの赤外線を投射してチョッパ 7 によって変調を行う。

【0035】

比較ガス A_2 を流しているので、前記 (2) 式から濃度測定信号 D' を得ることができる。

10

【0036】

前記セル 1 に導入して得られた濃度測定信号 D' と濃度測定信号 D を前記濃度検量線とに基づいて赤外線分析計の校正の要否を判断する。

【0037】

そして、校正が必要な場合は、 $(D' / D) \times C$ のスパン校正を行って CVD チャンバー内に流された特定成分ガス A_1 の濃度 C' が計測できる。

【0038】

以上、半導体プロセスにおけるガスは、その校正用ガス（比較ガス） A_2 がガスボンベ等によって容易に供給されないものである場合が多いが、上述したように、可能な限り測定用波長に近い比較用波長を有するガスを用い、測定用波長と比較用波長の二波長を検知する測定用波長検知手段 9, 11、比較用波長検知手段 10, 12 を設け、また、特定成分ガス A_1 濃度測定時は前記 (1) 式を用い、比較ガス A_2 濃度測定時は前記 (2) 式を用いることにより、簡単な構成で構成機能および測定機能を有する赤外線分析装置を得ることができる。

20

【0039】

なお、前記 S 信号または C 信号は、それぞれが光学系の全体光量を表しているが、例えば光路の汚れによる光量低下（図 5 において L' で示す）を前記 S 信号または C 信号の出力信号で確認できるように構成し、更に、例えば光路の汚れにより初期光量から所定の光量（アラームレベル）に低下した時点でアラーム信号を発するように構成してもよい。

【0040】

30

【発明の効果】

以上この発明では、特定成分ガスの校正用ガスが、ガスボンベで容易に供給されないガス種である場合において、測定とともに校正も行える赤外線分析装置を提供することができる効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図 1】この発明の一実施形態を示す全体構成説明図である。

【図 2】上記実施形態における使用環境を示す構成説明図である。

【図 3】(A) は、半導体プロセスにおけるガスの供給状態を示す図である。(B) は、図 3 (A) における一部を拡大して示す図である。

【図 4】特定成分ガス（測定対象ガス）と比較ガスの赤外線吸収スペクトルを示す特性図である。

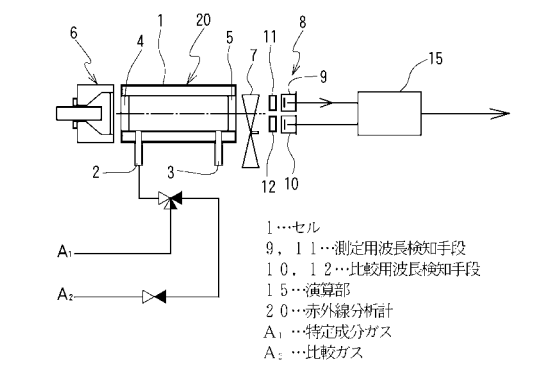
40

【図 5】特定成分ガスによる吸収信号量、ならびに、比較ガスによる吸収信号量を示す図である。

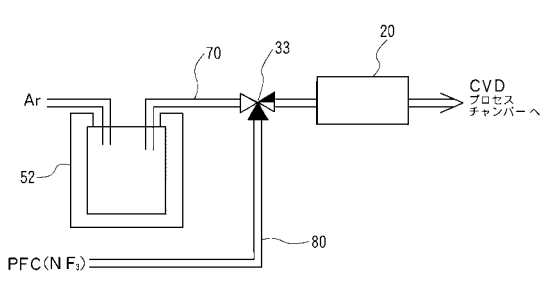
【符号の説明】

1 …セル、9, 11 …測定用波長検知手段、10, 12 …比較用波長検知手段、15 …演算部、20 …赤外線分析計、 A_1 …特定成分ガス、 A_2 …比較ガス。

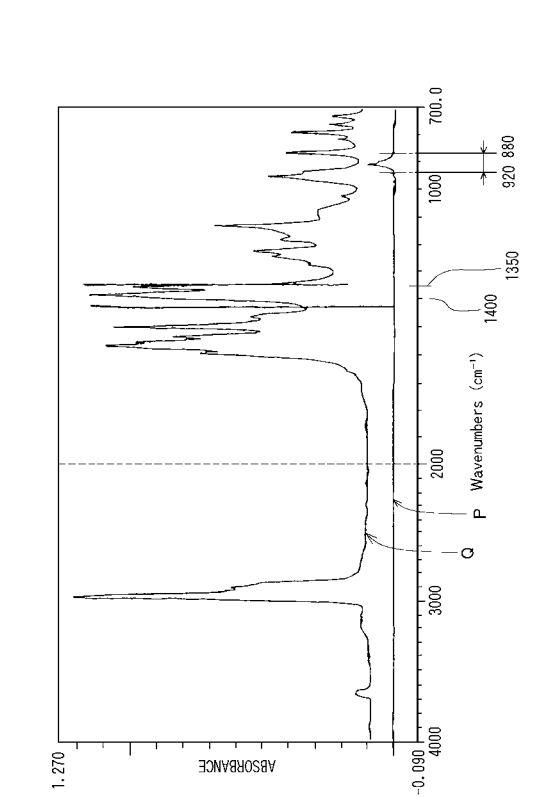
【図 1】



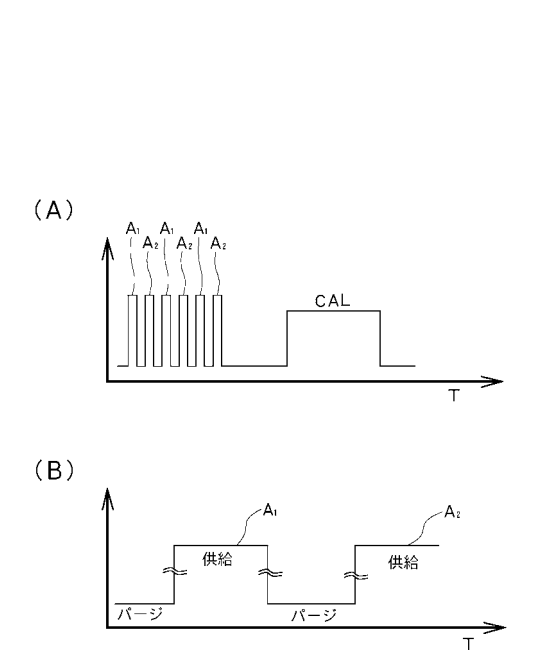
【図 2】



【図 4】



【図 3】



【図 5】

