13 Paレンジサファイア隔膜真空計の開発

Extending the Measurement Range of a Sapphire Diaphragm Vacuum Gauge to 13 Pa

アズビル株式会社	石原 卓也	アズビル株式会社	添田 将
技術開発本部	Takuya Ishihara	技術開発本部	Masaru Soeda
アズビル株式会社	関根 正志	アズビル株式会社	栃木 偉伸
技術開発本部	Masashi Sekine	技術開発本部	Hidenobu Tochigi

キーワード -

真空計, 隔膜式真空計, 静電容量式圧力センサ, キャパシタンスマノメータ, エッチング, スパッタ

これまで開発してきたサファイア真空計の計測圧力レンジは主として半導体製造装置のCVD,ALDなどの成膜プロセスをターゲットとして133Paから133kPaであった。これを13Paまで広げることにより今まで対象外とされていたエッチングやスパッタ成膜への適用を図った。大気圧の1/10000の圧力をフルスケールとするため、ダイアフラムを20umまで薄くするなど困難な加工技術が求められる。さらにその薄いダイアフラムに起因するスティキング、圧力ヒステリシスなど133Pa以上のレンジでは顕在化しなかった様々な技術的課題を解決することにより、これまでにない200℃までの自己加熱が可能な静電容量式隔膜真空計を実現した。これにより低真空でも高温計測が必要な新しいプロセスアプリケーションへの適用が可能となったのでここに報告する。

The pressure measurement range of sapphire vacuum gauges has been mainly from 133 Pa to 133 kPa for use in film formation processes such as CVD and ALD in semiconductor manufacturing. We extended this range to 13 Pa with the aim of enabling gauge use for etching and sputtering deposition. We developed a capacitance diaphragm vacuum gauge capable of self-heating up to a heretofore unattained 200 °C by solving various technical problems that do not arise at 133 Pa or more. To make a pressure of 1/10000 of atmospheric pressure to be the full scale amount, we thinned down the diaphragm to 20 μ m, and we found methods to deal with other difficulties such as pressure hysteresis and sticking due to the thinness of the diaphragm. As a result, the sapphire vacuum gauge can be used in new process applications requiring high temperature measurement in a low vacuum.

1. はじめに

近年,製造業ではIoT (Internet of Things)が注目さ れ,実際に様々な分野で活用されはじめている。それに伴 いデータの処理に必要な半導体デバイスの需要が増々高ま るとともに,デバイスの集積度を高めるために次々と新しい プロセスが提案・実用化されてきている。なかでも原子層 堆積法(ALD:Atomic Layer Deposition)やALE (ALE: Atomic Layer Etching)は基板最表面の化学吸着を利用 したプロセスであり,デバイスの3次元化に大きな役割を果 たしている。このような半導体プロセスの圧力の監視や制 御に用いる隔膜真空計,あるいはキャパシタンスマノメータ は真空領域のガス種依存性がない大気圧以下の絶対圧を 計測するセンサである。このセンサは内部への副生成物へ の堆積を防ぐために自己加熱されるのでそれに対する耐熱 性や各種腐食性のプロセスガスに対する耐食性が求められ る。大別すると隔膜真空計により制御・監視される半導体 プロセスは成膜系とエッチング系に分けられ,主としてエッ チング系のプロセスで13Paフルスケール,成膜系のプロセ スでは133Pa~1333Paフルスケールのセンサがそれぞれ使 用されている。ただし,スパッタリングのように13Paのセン サが用いられる成膜のプロセスも存在する(図1)。また, 真空計内部へのプロセス副生成物の堆積を避けるため,成 膜系のプロセスでは150~200℃の自己加熱型の隔膜真空 計が用いられている。それに対してエッチング系のプロセス では,それほど内部への堆積を考慮する必要はなくセン サを安定させるため,一般的には45℃,高くても100℃の自 己加熱温度であった。



図1 隔膜真空計のレンジ・加熱温度とアプリケーション

ところが,前述のALEのように最新のエッチングプロセ スでは単純なエッチングだけでなく,プロセスレシピのサ イクルの中に成膜のステップが含まれるようなものがある (図2)⁽¹⁾。



このようなプロセスでは当然成膜時の副生生物の真空 計内部への堆積を防ぐために100℃以上,150~200℃の 自己加熱温度に耐え得る隔膜真空計が必要となると考え られる。アズビルでは,腐食性雰囲気や600℃以上の高 温雰囲気で成膜する半導体製造装置におけるガスの圧 力計測機器用として,耐腐食性・耐熱性に優れた工業用 サファイアを用いた静電容量式圧力センサ素子およびそ の特長を活かしたパッケージ技術を開発することにより, 「サファイア隔膜真空計」を開発してきた⁽²⁾。しかし,その 圧力レンジが133P~133kPaなので,主なアプリケーションは CVD (Chemical Vapor Deposition)やALDなどの成膜 プロセスに限られていた。

本稿では従来のサファイア隔膜真空計のレンジを13Paフ ルスケールまで拡張し、さらに今までにない200℃まで自己 加熱可能としたのでそれについての報告を行う。

2. 13Paレンジの技術課題とその対策

本章では抜本的な開発が必要とされたセンサチップまわ りについて報告する。真空計のレンジを13Paフルスケール へ拡張するには感度を得るためにそのセンサダイアフラムを 薄くする必要があるが、それに付随して様々な技術課題が 発生した。最も困難な技術的課題は圧力ヒステリシスであ り、その次はダイアフラムのスティッキングであったのでこ の2つについて次項に詳述する。

2.1 ダイアフラムのスティッキング

薄いダイアフラムをもつMEMS (Micro Electro Mechanical Systems)センサで、ダイアフラムのスティッキ ングはごく一般的な問題であるが、基材として一般的なシリ コンではなくサファイアを用いているので、その高い絶縁性 により課題を難しくしていることが判明した。



図3にその現象の概要を示す。通常,隔膜真空計は出 荷・搬送時やメンテナンス時に大気圧等のその計測レンジ よりはるかに大きな過大圧が印加される。その際,ダイア フラムは固定電極側の台座に着底する。正常なセンサは再 度真空引きされた時に台座から離脱するが,この不具合現 象が発生するものは真空引きして着底したままとなる。ス ティッキングが発生すると出力はオーバーレンジにはりつい たままとなり,致命的な不良となる。

このような現象を防ぐには接触面積を減らすために、柱 状や梁状の構造物を設けることがMEMSセンサでは一般 的であり、サファイア真空計の場合でも133Pa以上のレン ジではその対策で効果がみられた。ところが、13Paを計 測するためにダイアフラムをより薄くすると復元力が桁違い に小さくなるので、この対策だけでは不十分なことが判明 した。この現象には①温度が低い方が発生しやすい、② 低い温度でスティッキングしたものを真空に引いたまま温度 を上げると自然に復帰する、③過大圧を印加したまま温度 を上下すると発生するなどの特徴があり、これらのことか ら、スティッキングはサファイアの非常に高い絶縁性のた め、接触部に静電気が発生し、それに起因する引力により 発生すると推測される(図4)。



図4 スティッキングの推定原因

この仮説に対しては帯電防止のために金属膜等を接触 面に配置し、その金属膜を静電容量計測用の電極に接続 し、計測回路に電荷を逃がすことにより回避可能ではあ る。しかし静電容量式センサの場合、台座側電極とダイア フラム側電極間に容量を計測するための交流電圧が印加さ れており、接触部に電極が存在すると着底から離脱した瞬 間はそれらの電極間隔が極めて小さいので静電引力が発生 し出力が不安定になる不具合が生じる。これを回避するた め、接触部の電極と容量計測用の電極をある一定の距離を 保つように配置した(図5)。この構造により両電極間の絶縁 部はRCのローパスフィルタとして働き、直流では電荷が逃 げ、計測する交流周波数では電気絶縁が確保できるので 先の不具合を改善することが可能となった。 スティッキングの原因は静電気以外に接触面に発生する分 子間力等も考えられるので,接触部の面積を極小化するた めに接触面を丸めたり,復元力がなるべく強くなるように柱 構造の配置を見直したりなどの対策も併せて実施した。



図5 スティッキング対策

2.2 圧力ヒステリシス

ここでいうところの圧力ヒステリシス(以下,圧力ヒス)は 図6のグラフに示すようにセンサに圧力を印加した後の零点 シフトとそれに引き続いて発生する零点のドリフトである。 特にこのドリフトは10時間以上も延々と続き,なかなか収束 しないので大きな問題となった。



この現象は13Paのセンサ特有であって,温度依存性があり,100℃以上で顕著に発現する。さらに圧力を印加しなくとも単に加熱しただけでドリフトが発生することもあった。 また,13Paの圧力を印加しても120kPaの圧力を印加しても その大きさに多少の差異はあるが同じような現象を示す。

まず,発生箇所の切り分けを実施したところで判明した のは,ダイアフラムに被測定媒体のガスが到達して初めて 発現するということである。



図7 センサ密閉構造

つまり,図7のようにセンサチップを密閉し,機械的要因 のみが特性に影響を与えるように限定すると圧力ヒスは全 く起きない。 また、ダイアフラム上の空間へのガスの導入口の形状や 配置も影響が大きいことが判明した。



アズビルでは、成膜プロセス中に真空計に膜が堆積して もシフトの影響が小さくなるようなセンサを開発したが、そ の特長の1つにガス導入口をダイアフラムの中心に相対する 1つの穴ではなく、外側に4つ設けた構造がある⁽³⁾。この構 造でパッケージし、圧力ヒスを計測してみると同じ設計の センサチップでも図8のように明らかな改善がみられること が分かった。

この理由を明らかにするため、シミュレーションでの検証 を実施した。まず、穴の形状・配置の影響を調べた結果を 図9に示す。解析条件は圧力導入口の形状・配置に対応す るダイアフラムの表面に一定の熱流束を与え、さらに境界 条件としてダイアフラム端の温度を200℃に固定した。ダイ アフラムは熱流束を受けるとその部分の温度が上昇して膨 張が起き、その影響で撓みを生じることとなる。この結果 からおよそどのくらいのセンサシフトが発生するかを見積も ることが可能である。



図9 導入口の形状・配置の熱シミュレーション

結果は520W/mの熱流束を与えた時、従来の中心穴の 場合は最大温度上昇が0.46℃に対して4つ穴モデルはわず か0.05℃, 撓みもそれに対応してシフトが小さくなり、それ ぞれ5.0%F.S.および0.65%F.S.となった。この改善の理由は 熱流束が照射される部位がダイアフラム端に近いほど熱が 端から逃げることが可能となり、温度上昇が抑えられるた めと推測される。

次にダイアフラムの厚みの影響を調査した。同様にして 一定の熱流束(5000W/m)を中心穴の部位に照射し,温度 上昇と撓みおよびそれにより生じるシフトを計算した。結





我々の製品の場合で133Paフルスケールに相当するダイア フラム厚50umのセンサ零点シフトは約0.05pFであるのに対 し、13Paフルスケールに相当するダイアフラム厚25umのも のは約0.3pFとなり、センサの計測レンジが大きければこの 問題は発生しないことが再現できた。

この理由も同じようにダイアフラムの厚みが厚い方が照射 された熱が端から逃げる経路が大きいので,温度上昇が抑 制されるためと考えられる。

以上の実験結果から我々は以下のような仮説を立てた(図11)。

- (1)ガスを導入し、その後真空引きすると真空計を取り付けたチャンバーおよび真空計のパッケージ内の内壁の 温度分布は真空引き前後で異なる
- (2)そのため、真空引きした後にダイアフラムに到達した 薄ガス (~10⁻⁴Pa)とセンサダイアフラムの間に微妙な 温度差が生じる
- (3)結果として、熱エネルギーの交換が希薄ガスとダイア フラム表面間に起きてダイアフラムの部分的熱膨張、 もしくは収縮を生じさせてダイアフラムを撓ませる
- (4)この部分的熱膨張、もしくは収縮は内壁の温度分布 が圧力印加前に戻るまで続くので、元にもどるまで非 常に長い時間を必要とする



Measurement gas flow 図11 圧力ヒステリシスの発生機構

この仮説が正しければ圧力ヒスは薄いダイアフラムで 13Paのような低いレンジの圧力を計測する際に生じる根本 的な課題であったといえる。

この節の最後に圧力ヒスの解決策を解説する。前述した 4つの圧力導入口を持つ構造でもかなりの改善効果が得ら れるが、さらに圧力ヒスの発生を抑制するために図12,13 に示すようなセンサ構造を最終的に採用した。



図12 圧力ヒス対策構造



図13 センサチップ平面図

この構造では圧力計測対象のガス分子は直接垂直にダイ アフラムに衝突するのではなく、いったんセンサチップの 基材に衝突してからダイアフラムと並行にダイアフラム上の 空間へ侵入することとなる。したがって、ダイアフラムに到 達する前にセンサチップと熱エネルギーの交換を行うこと が可能で温度差を減らすことができる。

3. 結果

図14にスティッキング対策の効果を明示するものとして 45℃における圧力サイクル試験の結果を示す。



133kPaの圧力サイクルを10,000回印加してもスティッキング は発生せず、零点シフトは0.15%FS以下、スパンはほとんど 変化しない結果となった。

次に圧力ヒスの結果を図15に示す。比較のために従来の 構造のものも併せて表示してある。



最終構造の改良されたセンサは120kPaの圧力印加後も シフトはほとんど発生せず、零点ドリフトも起きないことが 確認できる。

最後に,その他のセンサ基本的特性を表1にまとめたも のを示す。

Characteristics	Result	
Pressure range	0-13.332Pa	
Temperature	45~200°C	
Sensor output	0-10V	
Pressure sensitivity at 200°C	Cx-Cr:1.39pF/13.332Pa	
Temperature dependence at	Zero:-0.15%FS/0C	
200°C	Span:-0.017%reading	
Zero point drift at 200ºC	<0.3%F.S./720hours	
Output error of manometer	<0.25%Reading	

表1 センサ基本特性

これらの結果は今までにない200℃で動作可能な静電容 量式隔膜真空計が実現できたことを示している。

4. おわりに

サファイア真空計は、13Paレンジに対応することにより今 までのCVD, ALDなどの成膜を主としたアプリケーション だけでなく、スパッタ成膜やエッチングのプロセスにも対応 することが可能となった。さらに温度が200℃まで動作可 能なので、より多くのアプリケーションが期待できる。半導 体のプロセスは日進月歩で常に新しいものが提案・実用化さ れており、アズビルとしてもこのような顧客課題に迅速に対 応することにより顧客価値の拡大に努めていきたい。 <参考文献>

- (1)CVD反応分科会主催第25回シンポジウム「原子層堆 積/原子層エッチングの基礎と応用」配布資料(公 社)化学工学会 CVD反応分科会
- (2) 日本真空学会 2016年12月研究例会
 「真空中での原子層成長:ALD技術の最近の進歩」配 布資料,(一社)日本真空学会
 http://www.nedo.go.jp/content/100528958.pdf
- (3)石原,長田:高温型サファイア隔膜真空計の開発, 2006,第23回センシングフォーラム,(pp.130-135)
- (4) S. Kimura, Y. Ishikura, T. Kataoka, M. Soeda, T. Masuda, Y. Yoshikawa, M. Nagata:Stable and Corrosion-Resistant Sapphire Capacitive Pressure Sensor for High Temperature and Harsh Environments, Transducers '01, 2001, (pp.518-521)
- (5) M. Soeda, T. Kataoka, Y. Ishikura, S. Kimura, Y. Yoshikawa, M. Nagata:Sapphire-Based Capacitive Pressure Sensor for High Temperature and Harsh Environments Application, 2002, Proceedings of the IEEE Sensors 2002 conference, (pp.950-953, 2002)
- (6)関根, 差波, 石原, 谷:サファイア高温隔膜真 空計のセンサ素子・パッケージ開発, 2010, Azbil Technical review 2010, (Vol.27)
- (7)栃木:原子層堆積法向けサファイア隔膜真空計の開発,2013,第30回センシングフォーラム,(pp.125-130)
- (8)石原, 関根, 栃木:原子層堆積法向けサファイア隔 膜真空計の開発, 2014, Azbil Technical review 2014, (Vol.31)

<著者所属>

- 石原 卓也 アズビル株式会社 技術開発本部センシングデバイス技術部
- 添田 将 アズビル株式会社 技術開発本部センシングデバイス技術部
- 関根 正志 アズビル株式会社 技術開発本部センシングデバイス技術部
- 栃木 偉伸 アズビル株式会社 技術開発本部HCA技術部