

0.05 μ m 検出液中微粒子計の原理と性能

リオン株式会社 計測器技術部 松田 朋信

1. はじめに

電子工業においては半導体をはじめ、微細加工技術の向上により高集積化が進んでいるが、微細化が進むにつれて製品の歩留まりに影響を与えるゴミは、より微小となる。超純水では 0.1 μ m 以上の粒子が 1 mL 中に 1 個以下のレベルになっており、さらに微小な粒子の除去と計測が要求されている。ここでは純水中の 0.05 μ m 粒子が検出可能なパーティクルカウンターKS-17 と、薬液中の 0.06 μ m 粒子の検出が可能な KS-17A の原理と性能について解説する。

2. 従来の検出原理

光散乱方式パーティクルカウンタは、試料に光を照射して、試料中の粒子から発せられる散乱光を検出する。液中パーティクルカウンタは、図 1 に示すようにレーザービームを広く照射する高検出型とレーザービームを絞る一部検出型とに大別される。

一部検出型は光エネルギー密度を高めることで粒径感度を向上している。またフローセル壁面の散乱光が減って光ノイズが減少する。最小可測粒径を小さくすることを目的に、KS-17 と KS-17A に採用した。



写真 KS-17 (KZ-70 はオプション)

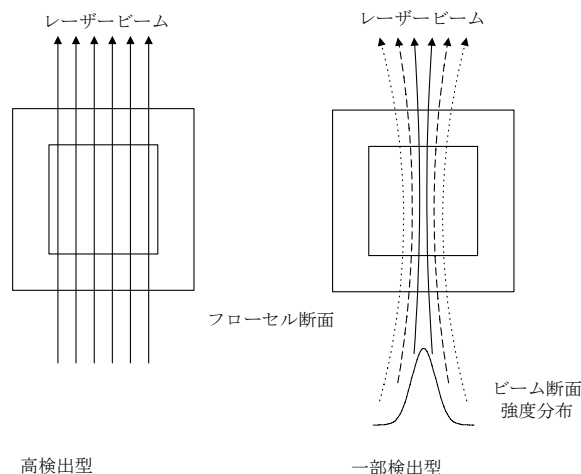


図1 フローセルとレーザービーム

従来の一部検出型の短所として、フローセル内で光エネルギー密度が様でなため、粒子の通過する場所によって感度が異なってしまうということがある。光強度の弱いところを大きい粒子が通過すると小さい粒子として誤って計数してしまうことが発生する。また、比較的小さい粒子は検出される確率が少なくなってしまう。つまり、計数効率が粒径に依存してしまうことになる。

これらの短所を克服すべく KS-17 と KS-17A では一部検出型の改良に取り組んだ。

3. 短所を克服するための設計

粒子から発せられる散乱光の検出方法を改良した。粒子信号を検出する領域を照射領域の光強度分布が比較的一様な中心付近のみに限定することで、その領域内での照射光強度の差を少なくし、粒径を弁別する精度を高めるようにした。その具体的な 3 つの手段を次に記す。図 2 参照。

1) フローセルを屈曲した L 型にして、照射域の流路方向と受光軸方向を一致させることで、受光軸方向前後での粒子弁別誤差を無くした。

2) 照射光軸と流路方向に垂直な方向での粒子

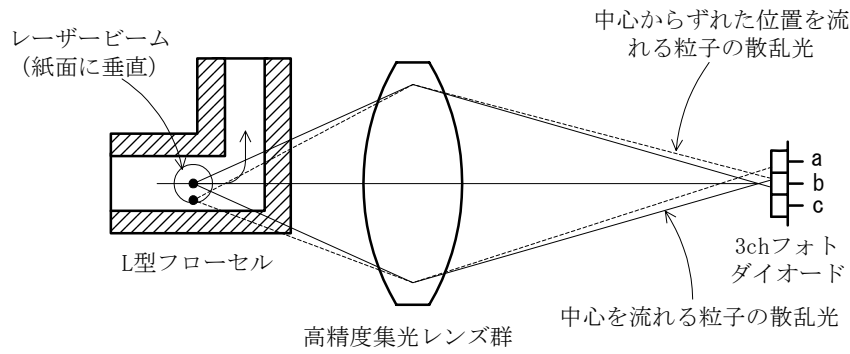


図2 KS-17の光学系の概略

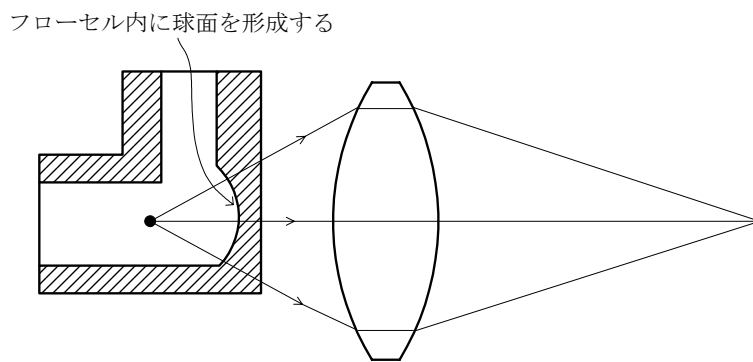


図3 KS-17Aの光学系の概略

の通過位置を検出するために、受光面が3分割された3chフォトダイオードを採用した。レーザービームの中心を通過した粒子の信号はbチャンネルのみに現れる。中心からずれるとa,b両方、またはb,c両方に信号が現れるか、さらに中心よりずれるとaまたはcのみに信号が現れる。a,b,cの信号の割合から粒子の通過した位置の情報を得る事が出来る。同時にこのフォトダイオードより粒子の散乱光量を検出することが出来る。粒子の位置と散乱光量の情報により、粒径の弁別を精度良く行う事が出来る。

3) 粒子の通過位置情報を精度良く検出するために、高精度で収差の少ない集光レンズ群を設計した。

薬液中の粒子検出を可能にするためKS-17Aは、さらに図3に示すような工夫をした。粒子から発した散乱光はセルに入射するとき屈折が起こる。KS-17の場合、この屈折角が試料の溶媒の屈折率

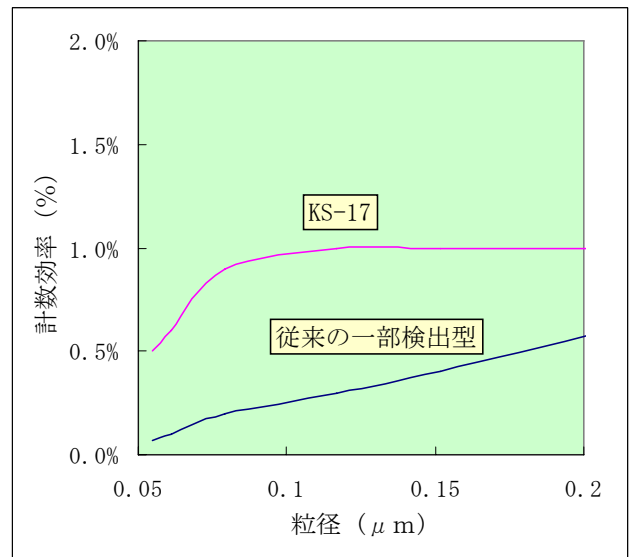


図4 計数効率の粒径に対する依存性

によって異なり、集光能力に差が生じてしまう。従って、KS-17は試料の溶媒の違いにより、試料中の粒子感度に大きな差が生じることになる。そこでKS-17Aはセル内に測定域を中心とした球面

を施すことにより、この面で散乱光がほとんど屈折しなくなり、試料の溶媒の違いによる集光性能の差を少なくした。改良の反面、レンズ等で光透過ロスが増してしまった為、最小可測粒径は $0.06\mu\text{m}$ となっている。

4. 計数効率の粒径依存性能

計数効率の粒径に対する変化の試験結果を図4に示す。従来の一部検出型の他社製品は前項で説明した欠点が現れ、計数効率の粒径に対する変化が大きい。KS-17は、 $0.1\mu\text{m}$ 以上にて計数効率1%でほぼフラット、 $0.05\mu\text{m}$ 付近ではその半分を計数するというように、パーティクルカウンタの理想的な特性が得られた。これにより、粒径を正しく判別する能力が向上した。

図5に多分散試料を測定したデータを示す。高検出型の $0.1\mu\text{m}$ パーティクルカウンタ(KL-26)とKS-17で同じ試料を同時測定したときのデータの連続性が見られる。

KS-17Aも同様に計数効率1%のフラット特性を有している。

5. 溶剤中の粒子測定

純水中およびイソプロピルアルコール中にそれぞれ強重合されたポリスチレン標準粒子を分散させ、高検出型の基準器(KL-26)と計数比較を行なった。3項で解説した薬液対応設計のKS-17Aは純水中、薬液中どちらも基準器と一致した粒子計数をしている。

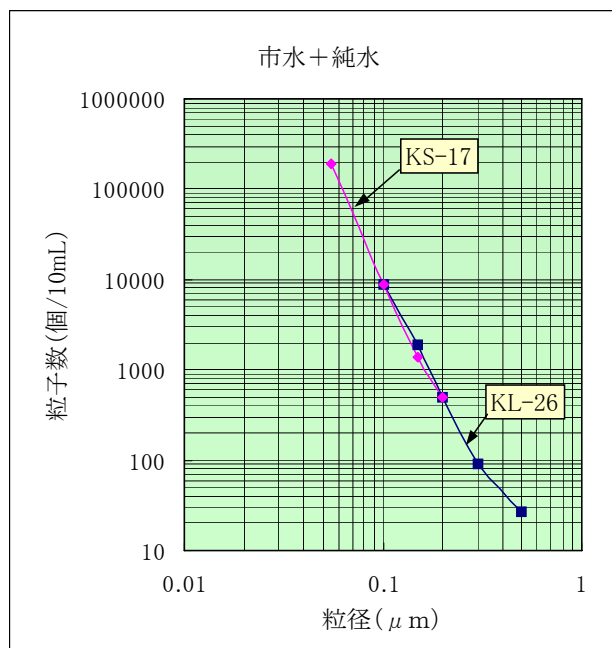


図5 高検出型との多分散粒子の比較測定

6. まとめ

微小粒子の検出を目的に純水用 $0.05\mu\text{m}$ 検出のKS-17、薬液用 $0.06\mu\text{m}$ 検出のKS-17Aの解説をした。一部検出型でありながら計数効率の粒径依存性が小さく、粒径分解能が高い性能を確保している。

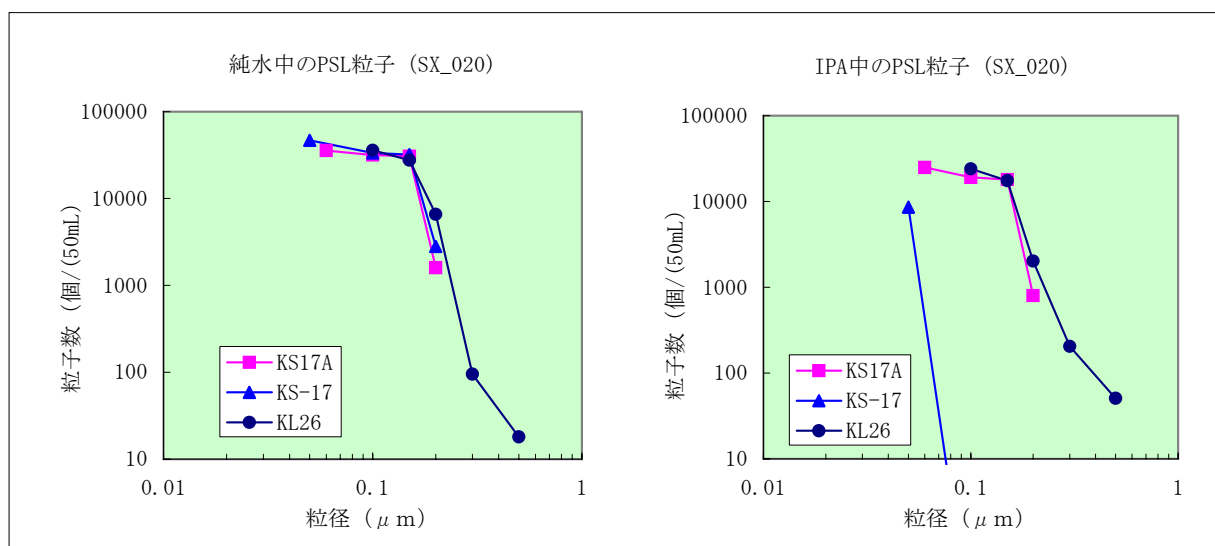


図6 純水中およびIPA中の標準粒子の計数比較