

ТЕХНИЧЕСКИЙ ДОКУМЕНТ

Использование квадрупольных масс-спектрометров для обнаружения загрязняющих веществ, концентрация которых менее 1 PPM, в газовой среде

Квадрупольные масс-спектрометры широко используются в вакуумной технологии для анализа остаточных газов. При традиционном применении в качестве анализатора остаточных газов масс-спектрометр используется для контроля качества вакуума и наличия течи в технологических камерах. Последние тенденции таковы, что масс-спектрометры используются в качестве приборов для контроля техпроцессов, а также анализаторов остаточных газов. Например в техпроцессах напыления масс-спектрометры используются в качестве приборов контроля на месте для мониторинга чистоты технологических газов и выделения загрязняющих веществ из мишеней и п/п пластин. Многие поставщики технологических газов также используют масс-спектрометры для сертификации чистоты их продуктов и гарантирования отсутствия загрязнения техпроцесса со стороны систем подачи.

По мере усложнения техпроцессов, повышаются требования к отсутствию загрязняющих веществ. Таким образом, многие современные техпроцессы требуют обеспечить, чтобы уровень загрязняющих веществ (например вода и кислород в техпроцессе напыления п/п пластин) не превышал нескольких ppm. Хотя чувствительность традиционных масс-спектрометров, сконструированных для анализа остаточных газов, в принципе достаточна для обнаружения загрязняющих веществ, концентрация которых на уровне ppm, влияние технологических газов и влияние фона самого датчика могут на практике затруднить обнаружение таких малых концентраций загрязняющих веществ.

ИЗМЕРЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ НА УРОВНЕ PPM ПРИБОРОМ С ОТКРЫТЫМ ИСТОЧНИКОМ ИОНОВ

На рис. 1 показан масс-спектр криптона, содержащегося в воздухе, полученный масс-спектрометром компании INFICON, оснащённым открытым источником ионов и цилиндром Фарадея в качестве детектора. Система отбора пробы воздуха использует впускное устройство с двухступенчатым снижением давления, соединённое с вакуумной камерой, откачиваемой системой из турбомолекулярного и форвакуумного насосов. Равновесное давление в камере составляет приблизительно 1×10^{-4} торр.

Основной стабильный изотоп криптона (m/e 84) содержится в воздухе в концентрации приблизительно 650 ppb. Масс-спектр на рис. 1 демонстрирует присутствие криптона, обнаруженного даже при его концентрации менее ppm. Очевидно, что чувствительность самых простых детекторов на основе квадрупольного масс-спектрометра достаточна для обнаружения загрязняющих веществ,

концентрация которых на уровне ppb.

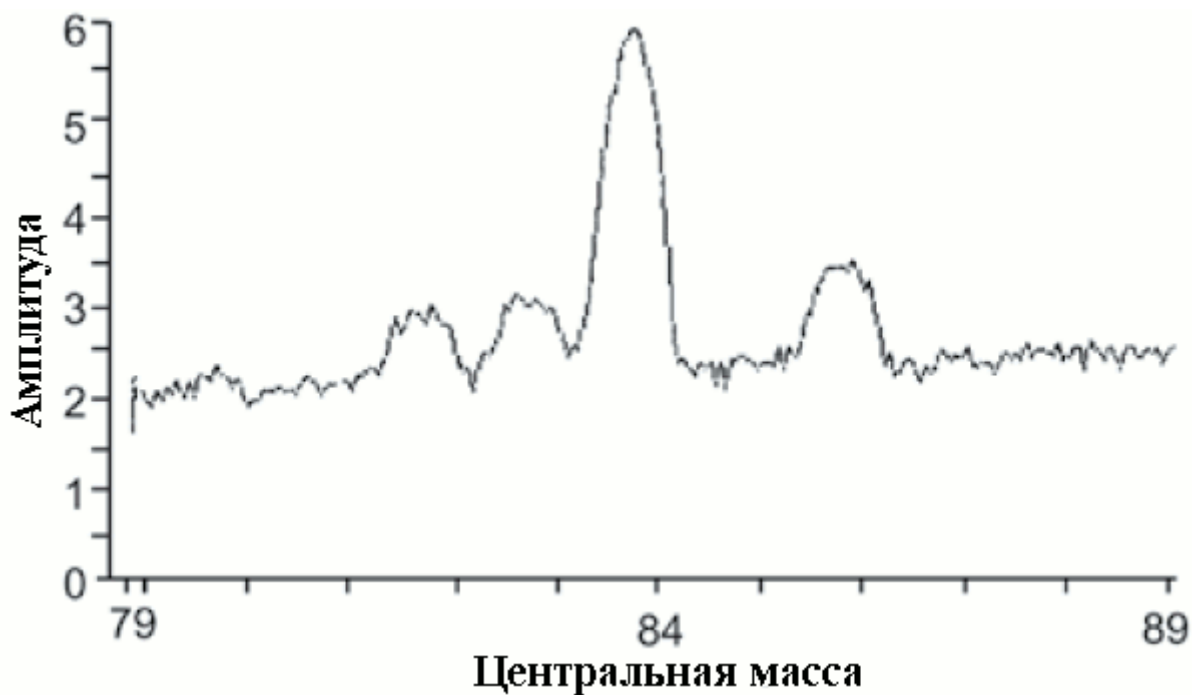


Рис. 1. Масс-спектр криптона в воздухе

Итак, почему необходимы закрытые источники ионов, ВЭУ и продуманные системы откачки? — Ответ заключается в негативном влиянии помех и фона.

ОБНАРУЖЕНИЕ ВЕЩЕСТВ, КОНЦЕНТРАЦИЯ КОТОРЫХ НА УРОВНЕ PPM, В ПРОЦЕССАХ НАПЫЛЕНИЯ В СРЕДЕ АРГОНА

К сожалению, обнаружение криптона в воздухе не является распространённой задачей в техпроцессах. Более важное значение имеет обнаружение воды или кислорода в системе напыления в среде аргона. Хорошо известно, что вода или кислород, даже если их содержание менее ppm, могут нарушить межметаллические связи.

Типичный процесс напыления осуществляется при давлении аргона приблизительно 1×10^{-2} торр. При содержании 1 ppm парциальное давление водяного пара составит 1×10^{-8} торр. В процессе напыления рабочее давление в масс-спектрометре обычно составляет приблизительно 1×10^{-5} торр. Уменьшение давления в 1000 раз осуществляется с помощью диафрагмы, установленной на участке между технологическим оборудованием и системой откачки масс-спектрометра. В результате такого перепада давления, водяной пар, содержащийся в количестве 1 ppm в технологической камере, создаёт парциальное давление приблизительно 1×10^{-11} торр в масс-спектрометре – это значение не выходит за пределы обнаружения типичного анализатора остаточных газов. Однако, если масс-спектрометр изолирован от технологической камеры, давление фона в масс-спектрометре достигает приблизительно 1×10^{-9} торр, причём большую часть остаточного газа составляет водяной пар. В результате фоновое давление водяного пара в масс-спектрометре приблизительно на два порядка по величине больше давления, создаваемого

водяным паром в количестве 1 ppm, отобранном из технологической камеры.

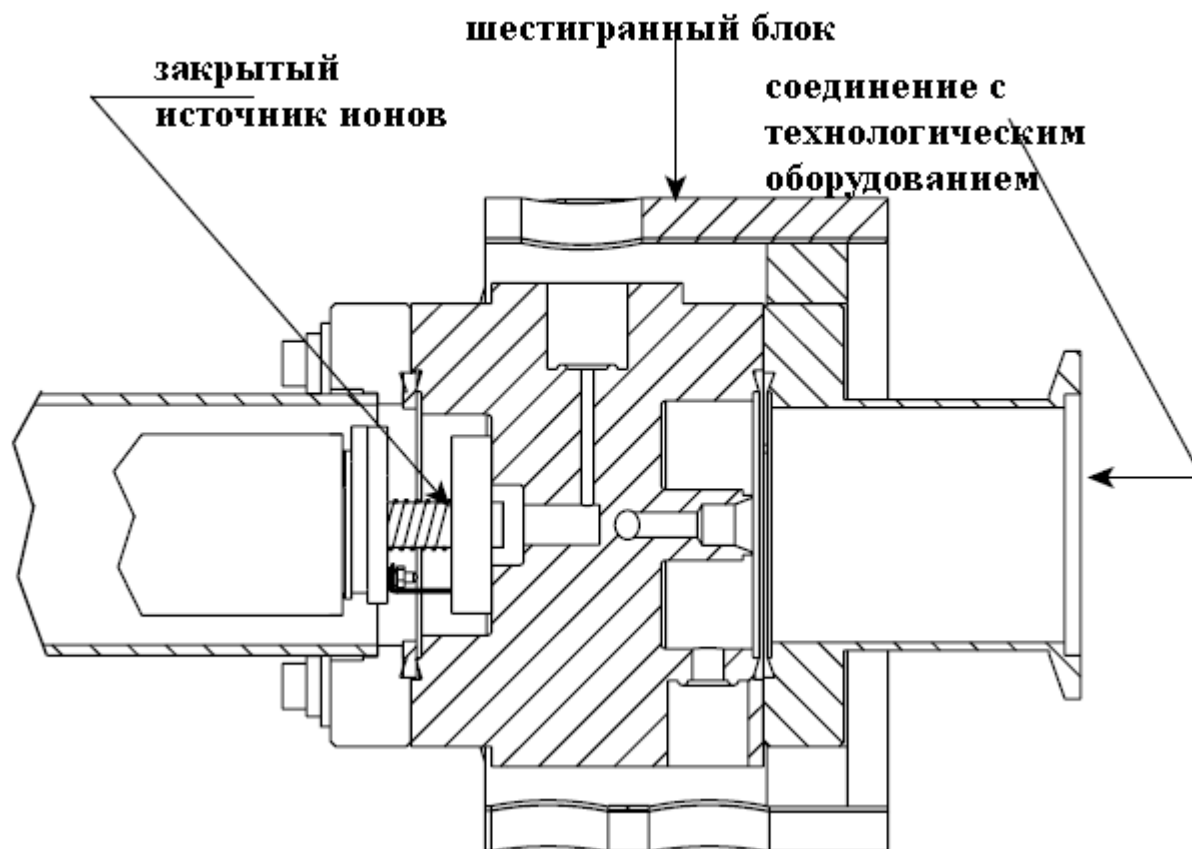


Рис. 2. Конфигурация с закрытым источником ионов

Кроме того, аргон, используемый в системах напыления, приводит к появлению пика также на массе 18 а.е.м. ($m/e = 18$), где возникает основной пик, соответствующий водяному пару. Содержание изотопа ^{36}Ar составляет 0,34 %. В процессе ионизации электронным ударом образуются двухзарядные ионы, порождающие пики на массах 20 а.е.м. ($m/e = 20$, $^{40}\text{Ar}^{++}$) и 18 а.е.м. ($^{36}\text{Ar}^{++}$). Типичное содержание иона $^{36}\text{Ar}^{++}$ составляет 340 ppm и зависит от энергии электронов в источнике ионов.

Таким образом, для обнаружения водяного пара в процессе напыления в среде аргона, содержащегося на уровне ppm, необходимо решить две проблемы:

- относительный вклад фонового водяного пара в масс-спектрометре;
- влияние пика, создаваемого ионом $^{36}\text{Ar}^{++}$ на массе 18 а.е.м.

Проблема влияния фона устраняется в конфигурации с закрытым источником ионов, показанной на рис. 2. В этой системе в области образования ионов поддерживается давление в диапазоне между технологическим давлением и давлением в масс-спектрометре. Поэтому перепад давления между технологической камерой и областью ионизации составляет всего 10, а не 1000 раз. Дополнительный перепад давления в 100 раз между источником ионов и анализатором поддерживает необходимое рабочее давление в камере анализатора. Парциальное давление 1×10^{-8} торр, создаваемое водяным паром, содержание которого 1 ppm в технологической камере, снижается всего лишь до 1×10^{-9} торр в области ионизации. Этот уровень давления того же порядка по величине, что и фоновое давление водяного пара в

масс-спектрометре.

Чтобы исключить влияние пика, порождаемого ионом $^{36}\text{Ar}^{++}$, некоторые производители просто выбирают для мониторинга пик на массе 17 а.е.м., порождаемый фрагментным ионом $[\text{OH}]^+$ воды. В системе Transpector CPM компании INFICON энергия электронов в источнике уменьшена до 40 эВ. Это значение намного меньше потенциала ионизации 43,5 эВ для Ar^{++} . На рис. 3 приведено сравнение масс-спектров в среде аргона для масс в области 20 а.е.м. ($m/e = 20$), полученных при энергиях 70 эВ (рис. 3а) и 40 эВ (рис. 3б) бомбардирующих электронов. Эффективность ионизации молекул водяного пара при энергиях 40 и 70 эВ приблизительно одинакова в отличие от эффективности образования Ar^{++} . Если осуществлять мониторинг по пику на массе 17 а.е.м ($m/e = 17$), чувствительность снизится приблизительно в 4 раза (т.е. интенсивность пика иона с $m/e = 17$ составляет приблизительно 27 % интенсивности пика иона с $m/e = 18$).

Более того, в зависимости от чувствительности детектора по изотопам, большое количество ионов Ar^{++} , образуемых при ионизации электронами с энергией 70 эВ, могут вносить существенный вклад в интенсивность пика на массе 17 а.е.м. Использование закрытого источника ионов и ионизации электронами с энергией 40 эВ позволяют обнаруживать воду, а также кислород и азот, содержание которых менее ppm, в процессах напыления в среде аргона, см. рис. 4. Необходимо отметить, что масс-спектр, полученный при ионизации электронами с энергией 40 эВ, может существенно отличаться от стандартного библиотечного масс-спектра, используемого при обычном анализе остаточных газов. В большинстве случаев это делает прибор CPM менее пригодным для анализа остаточных газов. Однако, компания INFICON разработала систему Transpector CPM для работы в двух режимах: в одном режиме энергия электронов 40 эВ, а в другом – типичные 70 эВ. Простой переключатель в программе позволяет пользователю легко переходить из режима анализа остаточных газов к мониторингу процесса напыления.

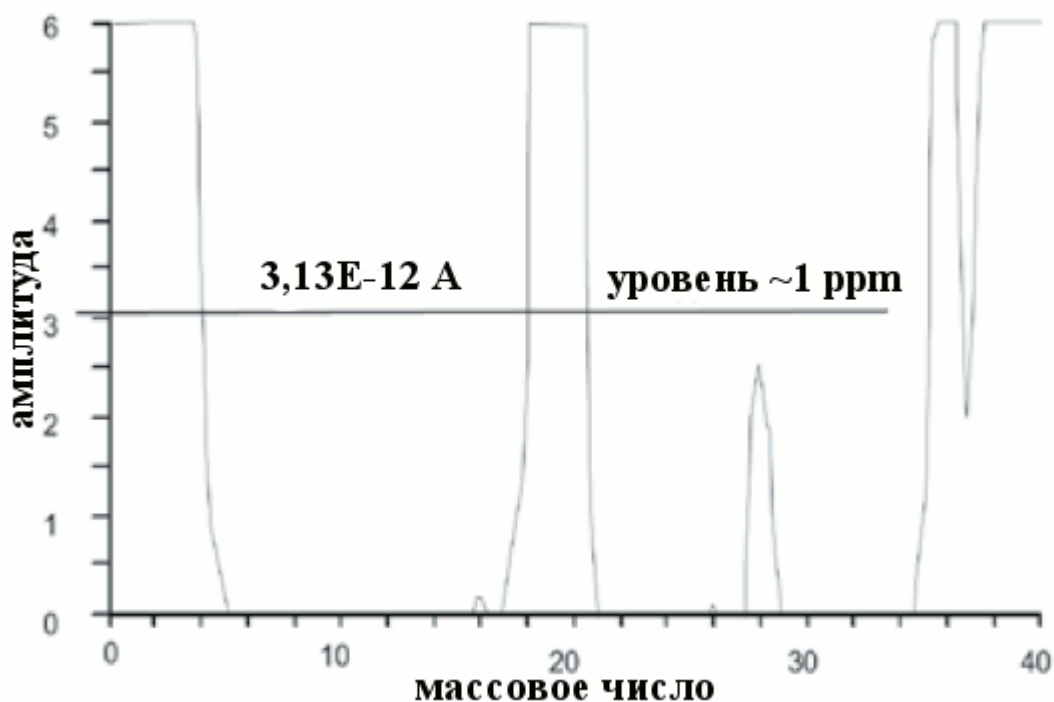


Рис. 3а

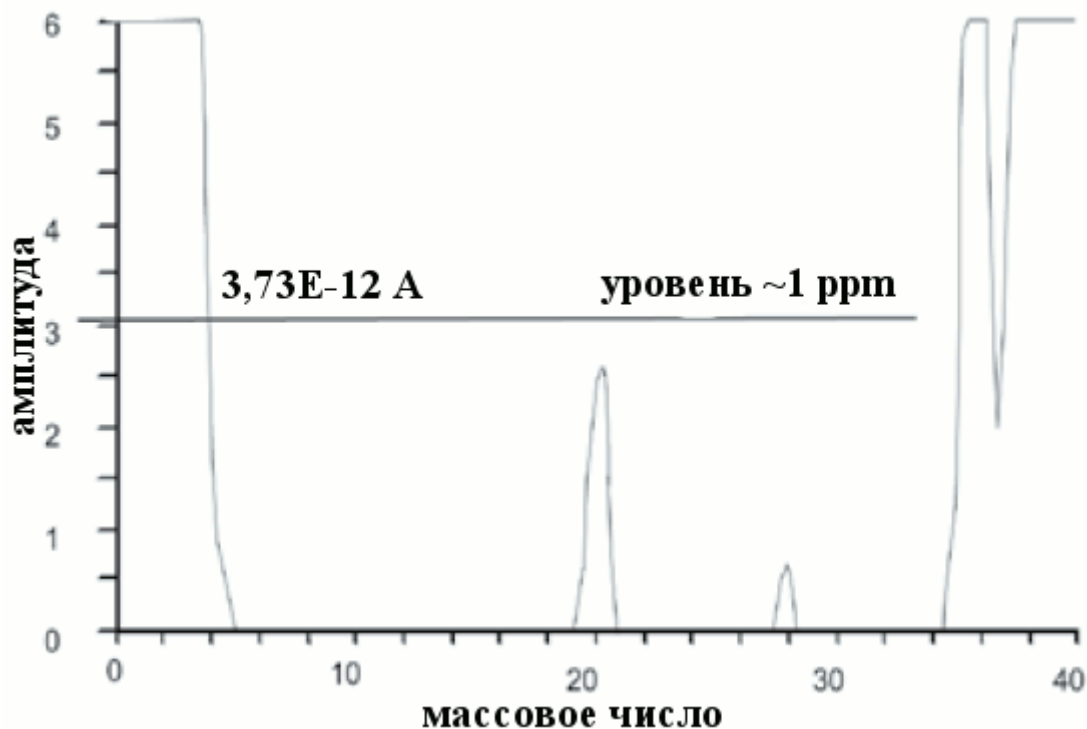


Рис. 3б

Рис. (3а) и (3б) – Сравнение масс-спектров в области $m/e = 20$, полученных при ионизации электронами с энергией 70 и 40 эВ

ОБНАРУЖЕНИЕ ВЕЩЕСТВ, КОНЦЕНТРАЦИЯ КОТОРЫХ НА УРОВНЕ PPM, В ПРОЦЕССАХ АНАЛИЗА ГАЗОВ ПРИ ВЫСОКОМ ДАВЛЕНИИ

Проблемы, связанные с анализом остаточных количеств газов при атмосферном или более высоком давлении, в принципе, аналогичны проблемам, возникающим в вакуумных системах. Однако практические решения подобных проблем могут совершенно различаться. Главными проблемами по-прежнему остаются уровни фона в масс-спектрометре и наложение пиков масс-спектра. В случае применения для обнаружения остаточных количеств воды в питающих резервуарах с аргоном, проблемы и способы их решения аналогичны вышеописанным. Однако, в случае применения для обнаружения остаточных количеств органических газов (например бензол, дихлорметан) в пробах воздуха, уровень фона в вакуумном коллекторе масс-спектрометра, как правило, не является проблемой. Если система отбора пробы при атмосферном давлении (простой капиллярный впуск) присоединён к масс-спектрометру и давление в камере 1×10^{-4} торр, то парциальное давление газа, содержание которого 1 ppm, составит 1×10^{-10} торр. Это давление намного больше минимального обнаруживаемого парциального давления датчиком с открытым источником ионов и цилиндром Фарадея в качестве детектора. Легко заметить, что более высокая чувствительность ВЭУ позволяет расширить пределы обнаружения до уровня ppb, используя впускные устройства непосредственного отбора.

1	1E+05	3	1E+12	5	1E-12
040	Аргон	000		000	
2	1E+00	4	1E+11	6	1E-12
028	Азот	000		000	

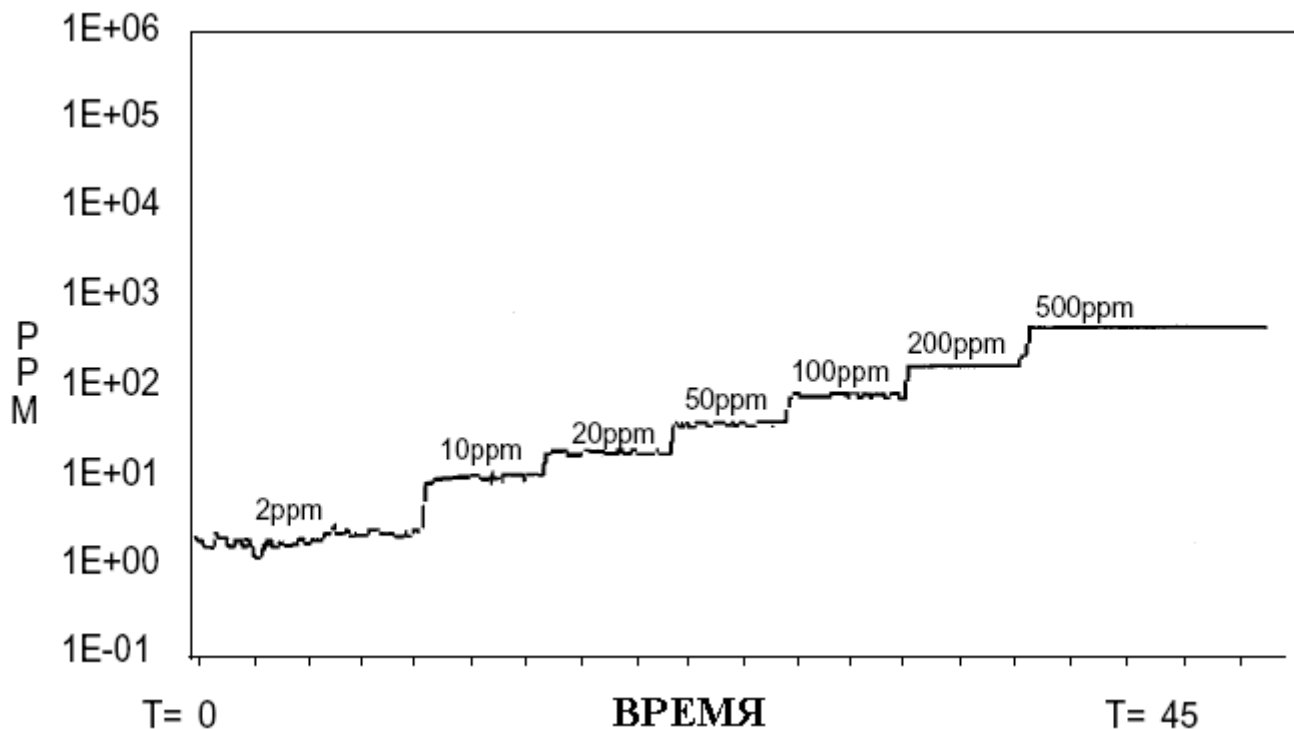


Рис. 4. Ступенчатый тренд

За дополнительной информацией или технической поддержкой обращайтесь по телефону: +1.315.434.1100.



МЕЖДУНАРОДНЫЙ ГЛАВНЫЙ ОФИС: Two Technology Place, East Syracuse, NY 13057 USA (США)

Тел.: +1.315.434.1100

Факс: +1.315.437.3803

Эл. почта: reachus@inficon.com

США ФРАНЦИЯ ГЕРМАНИЯ ЛИХТЕНШТЕЙН ШВЕЙЦАРИЯ ВЕЛИКОБРИТАНИЯ
КИТАЙ ЯПОНИЯ КОРЕЯ СИНГАПУР ТАЙВАНЬ

Контактную информацию и сведения о представительствах нашей компании в других регионах мира см. на нашем веб-сайте:
www.inficon.com

Ввиду непрерывной работы над усовершенствованием изделий, их технические характеристики могут быть изменены без предварительного уведомления.