

●半導体材料のアウトガス分析

TN095

Analysis of Outgas Released from LSI Materials

[概要]

半導体製造技術上、半導体や液晶表示デバイス表面への分子状汚染物質（Non-Particulate Airborne Molecular Contaminants：AMCs）が問題となっています。AMCsの発生源は、クリーンルーム構成材、半導体製造装置構成材、搬送用キャリアなどに使用されるポリマー材料を中心として無数に存在します。それら材料からのアウトガスをいかに低減するかがAMCs対策として重要です。半導体製造に関わる各種設備の材料選定に不可欠なアウトガスの高感度分析法について紹介します。

[方法]

1. 前処理技術 —ガス流通法—

試料を不活性ガス気流中で加熱または常温のまま保持し、試料から放出されるアウトガスを固体吸着剤または溶液にて捕集します。材料の形態や使用環境に合わせ加熱セルの形状（容積）や加熱温度を変化させることが可能です。Fig.1に概要を示します。

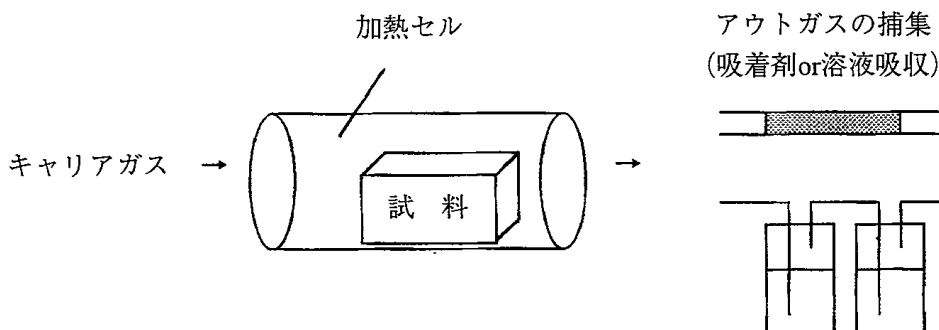


Fig.1 Scheme of analytical methods for outgas

2. 測定技術

上記処理により捕集したアウトガスの測定は、各種クロマトグラフを用いて実施します。Table1に測定対象化合物毎の測定法を示した。

Table 1 Analytical methods for outgas and lower limit of determination

測定対象	前処理法	測定法	検出オーダー
有機物全般	ガス流通/ 固体捕集法	GC-MS 分析法	X ~ 10 ng
低級アミン	ガス流通/ 溶液吸収法	イオンクロマト グラフィー	X ng
低級カルボン酸	ガス流通/ 溶液吸収法	イオンクロマト グラフィー	X μg
イオン成分	ガス流通/ 溶液吸収法	イオンクロマト グラフィー	X ng

[特 徴]

デバイス有機汚染原因の研究により、シリコンデバイスでのトラブルの原因となる有機汚染についてその化合物が特定され始めました。材料評価においては、このような有機物が発生しない、または、発生量が少ない材料を選定することが重要となります。

当社では、デバイス汚染有機物として (1) シロキサン類、(2) フタル酸エステル類、(3) リン酸エステル類、(4) 2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (BHT) および (5) アジピン酸エステル類の 5 種 (14 化合物) に対し、材料からのアウトガスの一斉分析が可能です。

Table 2 にそれらの化合物名と定量下限を示します。

Table 2 Examples of organic contaminants that cause troubles in the VLSI manufacturing processes

化合物名	定量下限
シロキサン (D 6 ~ D 1 2)	1 ng
フタル酸ジエチル (DEP)	1 ng
フタル酸ジブチル (DBP)	1 ng
フタル酸ジ-2-エチルヘキシル (DOP)	1 ng
リン酸トリエチル (TEP)	1 ng
リン酸トリブチル (TBP)	1 ng
リン酸トリフェニル (TPP)	1 ng
リン酸トリクロロエチル (TCEP)	1 ng
リン酸トリクロロフェニル (TCP : 3 種)	1 ng
BHT	1 ng
アジピン酸ジブチル (DBA)	1 ng
アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル (DOA)	1 ng

[事 例] ウェーハキャリアからのアウトガス測定

ウェーハキャリアからシリコンウェーハへの有機汚染が問題視されています。

Fig. 2、Fig. 3 にポリプロピレン製キャリアからのアウトガスと、そのキャリア内に保管した親水性表面 (酸化膜) のシリコンウェーハに付着した有機物を測定したトータルイオンクロマトグラム (TIC) を示します。ウェーハキャリアのアウトガスは、残留重合溶媒である C7 炭化水素が主成分で、微量成分として BHT (酸化防止剤) や DBP、DOP など (可塑剤または触媒系物質) が検出されました。Fig. 3 から解るように、シリコンウェーハ表面には、アウトガスの主成分である C7 炭化水素は付着せず、BHT、DBP、DOP といったアウトガスとしては微量な成分が選択的に付着することが確認された。

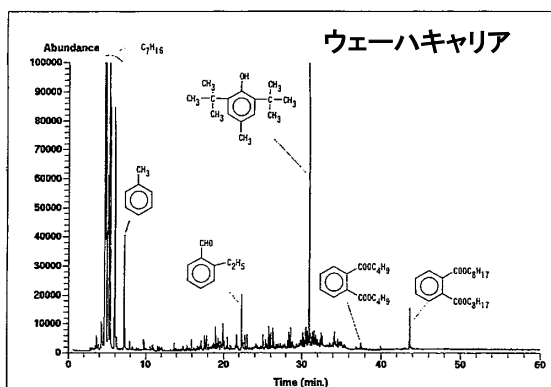


Fig. 2 Schematic diagram for Thermal desorption Spectroscopy (TDS)

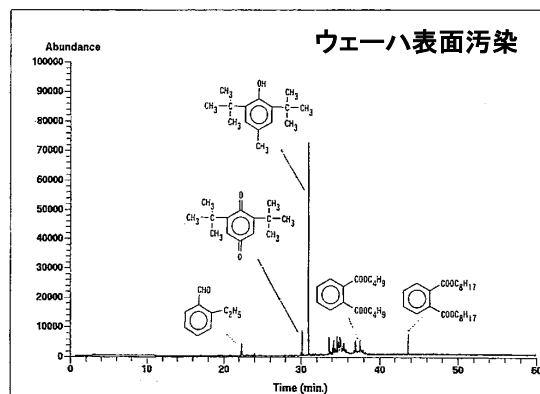


Fig. 3 Schematic diagram for Thermal desorption Spectroscopy (TDS)

現在、AMCによるデバイス汚染は表面への付着確率が問題となっており、各種材料の選定にはデバイス表面汚染を考慮したアウトガスの解析を実施することが重要となっています。