

# クリーンルームにおける清浄度管理支援

千葉事業所 藤井 博史 / 平 敏和

## 1 はじめに

半導体をはじめとする各種電子デバイスは、微細化、高集積化、高性能化が極めて早いスピードで進展しています。2005年には300mmウェーハを使用するハーフピッチ90nmのDRAMの量産が始まり、2006年から2007年にかけてハーフピッチ65nmの量産ラインが稼働を開始する予定です(表1)。加工寸法の微細化が進むにつれて、製造環境中に存在する微粒子や分子状の化学物質が、製品の性能に重大な悪影響を与えるようになりました。そこで、微粒子については高性能フィルターや、発塵を抑えた材料が開発され、対策方法が確立されつつあります。

一方、分子状の化学物質については、化合物によって物性や発生源が異なり、製造工程に影響を及ぼす機構も異なるため、化合物別に対策をとり、継続的に清浄度を評価・管理する必要があります。

当社では複数の分析技術を組み合わせ、クリーンルーム中に存在する分子状化学物質を多角的に評価することで、半導体製造環境の清浄度管理を支援するビジネスに取り組んでいます。

本稿ではクリーンルーム環境の清浄度評価の概要と、各種化学物質の

表1 The International Technology Roadmap for Semiconductors 2005

Year of Product		2006年	2007年	2008年	2009年
DRAM M1 1/2 Pitch	( nm )	70	65	57	50
MPU/ASIC M1 1/2 Pitch	( nm )	78	68	59	52
MPU Physical Gate Length	( nm )	28	25	22	20
Wafer Environment Control					
Critical Particle Size	( nm )	35	33	29	25
Number of Particles	( /m <sup>3</sup> )	ISO CL2	ISO CL2	ISO CL2	ISO CL2
Gate Wafer Environment					
Total Metals ( as Cu )	( μg/m <sup>3</sup> )	0.003	0.003	0.003	0.003
Dopants ( as B )	( μg/m <sup>3</sup> )	0.005	0.005	0.005	0.005
Surface Molecular Condensable Organic on Wafers ( as C16 )	( ng/cm <sup>2</sup> /week )	2	2	2	2
General Wafer Environment					
Total Acids ( as SO <sub>4</sub> )	( μg/m <sup>3</sup> )	4.0	4.0	4.0	4.0
Total Bases ( as NH <sub>3</sub> )	( μg/m <sup>3</sup> )	3.5	3.5	3.5	3.5
Condensable Organics ( as C16 )	( μg/m <sup>3</sup> )	33	28	28	23
Dopants ( as B )	( μg/m <sup>3</sup> )	0.005	0.005	0.005	0.005
Surface Molecular Condensable organics on Wafers ( as C16 )	( ng/cm <sup>2</sup> /day )	2	2	2	2
Front End Process, bare Si, total Dopants ( P or B )	( atoms/cm <sup>2</sup> )	1.0E+12	1.0E+12	1.0E+12	1.0E+12
Front End Process, Total Metals	( atoms/cm <sup>2</sup> )	2.0E+10	2.0E+10	2.0E+10	1.0E+10

測定方法について紹介します。

## 2 清浄度評価の概要

クリーンルームの清浄度を評価する際の流れを図1に示し、各段階における当社のビジネスを表2に示します。

### 2.1 評価計画の作成

クリーンルームの清浄度を評価する目的には、初期性能評価、作業時の清浄度管理、設備メンテナンスおよび仕様変更による影響の調査、不具合発生時の原因究明などが挙げられます。効果的に目的を達成するためには、適切な測定成分や測定方法を設定し、測定を行う必要がありま

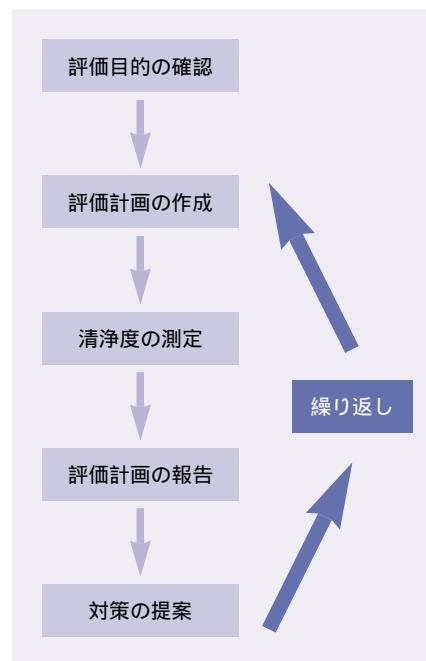


図1 清浄度評価の流れ

す。そこで、当社では最適な評価計画を作成・提案し、適切な測定結果を得る事で、効果的に目的を達成する

表2 清浄度評価に関する当社のビジネス

	評価計画の作成	清浄度の測定	評価結果の報告	対策の提案
ビジネス内容	測定成分，測定方法，測定場所などの提案	高感度測定	報告書の作成 各種比較資料の作成 報告会の実施	清浄化対策の提案 汚染原因の究明 (清浄度の継続的監視)
参考資料	評価の目的 清浄度の管理目標 過去の清浄度評価実績 ITRSロードマップ	測定法指針 JACA, SEMI, JIS, ASTM	評価の目的 清浄度の管理目標 過去の清浄度評価実績 ITRSロードマップ	清浄度の管理目標 過去の清浄度評価実績 清浄化技術資料

ビジネスに取り組んでいます。

測定成分は，半導体の性能に悪影響を及ぼす可能性が大きい化合物の中から，評価の目的，清浄度の管理目標，および過去の評価実績などを考慮して選択します。

測定は，日本空気清浄協会（JACA：Japan Air Cleaning Association），SEMI，JIS他の業界団体から公表されている測定方法に準拠し，評価の目的に最も適したものを選択します<sup>1), 2)</sup>。測定方法は二種類に大別され，気中に存在する化学物質を直接捕集し測定する方法と，評価空間にウェーハを一定時間暴露し，付着した化学物質の量から間接的に清浄度を評価する方法があります。クリーンルームの清浄度を総合的に評価したい場合は気中の化学物質を直接捕集する方法が適しており，ウェーハに付着しやすい化合物を，選択的に評価したい場合はウェーハ暴露法が適しています。

## 2.2 清浄度の測定

清浄度の測定は，評価対象となるクリーンルームでのサンプリングと，ラボでの前処理および測定を組み合わせで行います。

サンプリングの際に使用する器材は，クリーンルームでの使用に配慮し，化学物質が発生しない素材を使用しています。また，操作性を迫り，おお客様自身でサンプリングする事も可能です。

## 2.3 評価結果の報告

清浄度の測定結果を清浄度管理の指標として活用する場合，過去の測定結果やITRSロードマップなどの資料と比較し，相対的に清浄度の水準を評価する方法が一般的です。

そこで，測定結果を効果的に活用していただくために，ご要望に応じて測定結果と各種指標を比較する資料を作成し，報告会を実施しています。

## 2.4 対策の提案

測定結果と各種指標を比較した結果，何らかの対策が必要と判断された場合，問題となる化学物質の発生源や，物性に応じた清浄化対策が必要となります。また，評価目的が操業時の清浄度管理の場合，定期的に清浄度を評価し，クリーンルームの稼動状況や外部環境の変化などによる清浄度の変動に備える必要があります。

当社では清浄度の評価結果をもとに，清浄度低下の原因究明，効果的な清浄化対策，および継続的な監視方法などの情報を提供しています。

## 3 各種化学物質の測定

クリーンルーム環境中に存在する各種化学物質の測定方法概略と，定量下限を表3に示します。

### 3.1 酸・塩基成分

酸（Acid）は，二酸化イオウ（SO<sub>2</sub>），硝酸（HNO<sub>3</sub>），塩化水素（HCl）など，水に溶解して酸性を示す物質を示します。腐食性が強く，配線の断線や，配線信頼性低下の原因となります。塩基（Base）はアンモニア（NH<sub>3</sub>）や低級アミンなどアルカリ性を示す物質を示します。露光工程において，化学増幅型レジストに作用し，解像不良を引き起こす事例が知られています<sup>3)</sup>。

環境中の酸・塩基濃度を評価する場合，主としてインピンジャーによる溶液吸収法でサンプリングし，カラム濃縮などの前処理を加えた後，イオンクロマトグラフ法（IC法：Ion Chromatography）で定量します<sup>1)</sup>。

ウェーハ暴露法によってウェーハ

表面に付着した酸・塩基を評価する場合は、付着成分を純水抽出した後、IC法で定量します。一般的にはウェーハ全体を浸漬する方法が採用されていますが、片面抽出用の特殊器具を用いることで、鏡面側のみの汚染量を評価することも可能です。

### 3.2 有機成分

成膜工程にDOP ( Dioctyl Phthalate ) やBHT ( Butyl Hydroxy Toluene ) などの有機成分が混入すると、膜の密着性異常や、膜厚および膜質の変動を引き起こし、ゲート酸化膜の耐圧劣化の原因となります。また、シロキサン化合物が、露光装置のレンズに付着し曇り (ヘイズ) となり、露光量の低下を引き起こした事例も報告されています<sup>3)</sup>。

気中の有機成分は、活性炭やポリマー系吸着剤に捕集し、目的成分を加熱脱離法や溶媒脱離法で遊離させ、主にガスクロマトグラフ/質量分析法 ( GC-MS法 : Gas Chromatography-Mass Spectrometry ) で定量します<sup>1)</sup>。

ウェーハ暴露法によってウェーハ表面に付着した有機成分を評価する場合は、不活性ガス気流中でウェーハを400℃以上に加熱し、脱離した有機物をGC-MSで定性・定量するウェーハ加熱脱離 - ガスクロマトグラフ/質量分析法 ( WTD-GC/MS : Wafer Thermal Desorption-Gas Chromatography/Mass Spectrometry ) が一般的な方法です<sup>2)</sup>。

なお、当社ではウェーハの輸送や保管の際の汚染を防ぐために、金属製の枚葉型ウェーハケースを開発し、測定時の使用を推奨しています。

### 3.3 ドーパント・金属成分

金属は接合リーク、酸化膜耐圧不良などの欠陥を引き起こし、ホウ素、リンなどのドーパントはP-N反転の原因となります<sup>3)</sup>。

気中に存在するドーパントおよび金属成分は、インピンジャーによる溶液吸収法でサンプリングし、濃縮操作を行った後、誘導結合プラズマ質量分析法 ( ICP-MS法 : Inductively Coupled Plasma-

Mass Spectrometry ) で定量します<sup>1)</sup>。

一方、ウェーハ表面に付着した金属成分を定量する場合は、表面の薄膜をふっ酸などでエッチングし、付着金属を溶液中に回収します。その後、濃縮操作を行い、残渣を酸溶解したものをICP-MSにより測定します。

## 4 ミニエンバイロメント環境の評価

半導体製造用のクリーンルームでは、コスト面と生産ラインの仕様変更に対する柔軟性に優れた、ミニエンバイロメントシステムの導入が進められています。ミニエンバイロメントシステムでは、ウェーハを搬送および保管する際にFOUP ( Front Opening Unified Pod ) またはSMIF ( Standard Mechanical InterFace ) と呼ばれる樹脂製容器を使用し、局所空間のみを清浄化します。

しかし、これらの搬送容器を継続的に使用した場合、容器内部に化学物質が蓄積し、保管ウェーハを汚染

表3 各種化学物質の測定方法

化合物分類	化合物例	定量下限	捕集方法	測定装置
酸・塩基性成分 ( Acid, Base )	酸 ( SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , F <sup>-</sup> ) 塩基 ( NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> , アミン )	~ 10ng/m <sup>3</sup> ~ 0.005ng/cm <sup>2</sup>	インピンジャー フィルター ウェーハ	IC, IC-MS CE, CE-MS LC, LC-MS
有機成分 ( Condensable )	フタル酸エステル ( DBP, DOP ) シロキサン ( TMS, M2, D3 ~ D6 ) リン酸エステル ( TBP, TCEP ), PGMEA, PGME, BHT	~ 1ng/m <sup>3</sup> ~ 0.001ng/cm <sup>2</sup>	加熱脱離系吸着管 パッシブサンプラー 椰子殻活性炭 真空瓶 ウェーハ	TCT-GC/MS TDS-GC/MS GC-MS WTD-GC/MS GC-FID, AED
ドーパント, 金属成分 ( Dopant, Metal )	B, P Na, K, Ca, Mg, Fe, Zn, Cu	~ 0.1ng/m <sup>3</sup> ~ 1.0E+7atoms/cm <sup>2</sup>	インピンジャー ろ紙 サイクロンサンプラー ウェーハ	ICP-MS FL-AAS

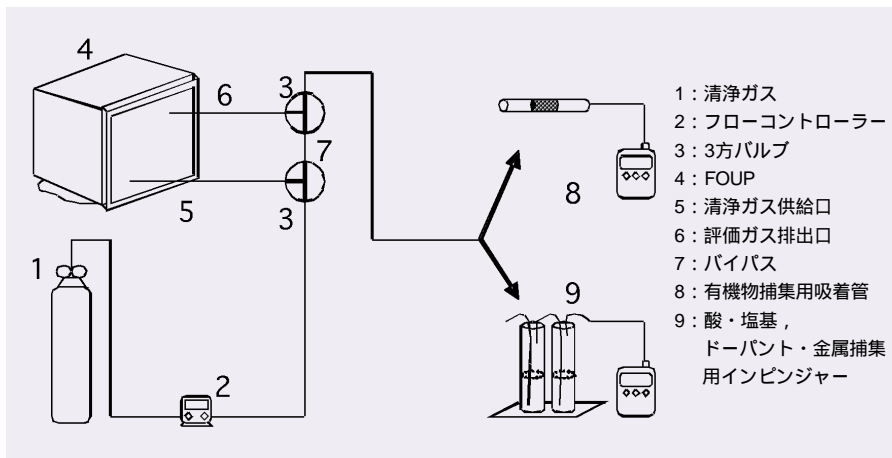


図2 ガス置換によるFOUP内清浄度の評価

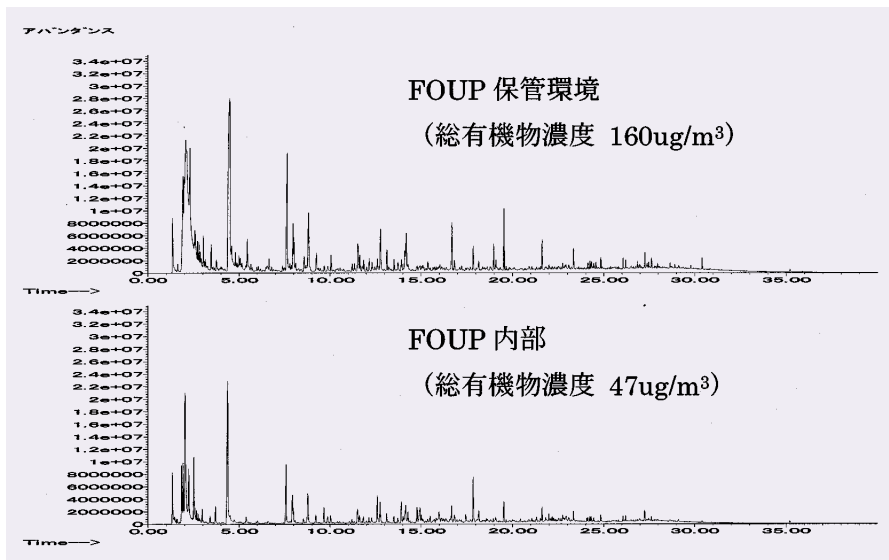


図3 FOUP内有機物濃度に保管環境が及ぼす影響の調査

する懸念があります。そこで、FOUPなどのミニエンパイロメント環境の清浄度を評価する技術の開発を進めています。

FOUP内部の清浄度を評価する場合、ウェーハを一定時間暴露し、付着した汚染物質を評価するウェーハ暴露法が一般的です。しかし、ウェーハ暴露法は、環境中に比較的多く存在する低～中沸点の化学物質を評価する目的には適していません。そこで、FOUP内部の空気を置換する治具や高感度パッシブサンプラーを

用いる事で、クリーンルームと同様に気中の化学物質の濃度を測定する事が可能となりました(図2)<sup>4),5)</sup>。

FOUP内部の空気を置換する治具を用いて、FOUPの保管環境がFOUP内部の清浄度に及ぼす影響を評価した結果を図3に示します。清浄化処理したFOUPをクリーンルームに24時間静置し、FOUP内部の清浄度を測定した結果、47ug/m<sup>3</sup>の有機物が検出されました。検出成分の多くは保管環境中に存在する有機物と一致していたことから、今回評価

したFOUPは、保管環境の影響を強く受けると判断されます。

## 5 おわりに

微細化、高集積化の進展がめざましい半導体産業では、製造環境の清浄度管理が果たす役割が日々高まりつつあります。当社では高度な測定技術の開発とサービスの向上に努め、クリーンルームの清浄度評価を通じて、清浄度管理の支援に取り組み、電子産業の発展に貢献して行きたいと考えています。

## 文 献

- 1) JACA No. 35A, “クリーンルームおよび関連する制御環境中における分子状汚染物質に関する空気清浄度の表記方法および測定方法指針”, 日本空気清浄協会, (2003)
- 2) SEMI MF 1982-1103, “Test Methods for Analyzing Organic Contaminants on Silicon Wafer Surfaces by Thermal Desorption Gas Chromatography”, SEMI, (2003)
- 3) 味岡他, “ULSI製造における汚染の実態”, リアライズ社, (1999)
- 4) 藤井, 飯川, 榊原, 長谷川, 竹田, 藤本第24回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, 54-56, (2006)
- 5) 平, 藤井, 榊原, 長谷川, 竹田, 藤本: 第24回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, 57-59, (2003)



藤井 博史  
(ふじい ひろふみ)  
千葉事業所



平 敏和  
(たいら としかず)  
千葉事業所