

(A-10) QCMによるクリーンルーム中の分子汚染のリアルタイムモニタ

Real time monitoring of airborne chemical contamination in the semiconductor clean room by Quartz Crystal Microbalance.

○岡村 茂、高須 良三 (富士通研究所 材料・環境技術研究所)

Abstract

We developed compact & sensitive Quartz Crystal Microbalance (QCM) monitoring system for chemical contamination of semiconductor clean room. The QCM monitor systems are composed with small controller unit, five sensors with 10m cables and control computer. Then, this system is able to measure simultaneously in wide area around equipments. The frequency of sensor was chosen at 25MHz and sensitivity of 0.46 ng/cm² was calibrated by deposition of Si thin films. And it turned out that it is enough for the monitoring of chemical contamination in the latest semiconductor factory.

Key Word: 半導体クリーンルーム(Semiconductor clean room), 分子汚染(Chemical contamination), 分子状化学汚染物質(Air-borne molecular contaminants), QCM (Quartz Crystal Microbalance), 多点同時観測 (Simultaneous multi-point measurement), リアルタイムモニタ (Real time monitor)

1. はじめに

半導体素子構造の微細化は、横方向の微細化だけでなく深さ方向にも微細化されるため、電気的特性や信頼性に及ぼす分子汚染の影響は年々大きくなって来ている。また一般に分子汚染障害は、パーティクル汚染障害と異なり当該プロセス終了直後の検査では異常が検出されず、数工程後の検査や全工程終了後の電気的検査で始めて異常が検出される事が多い。そのため汚染障害を検出した時点では、当該プロセス時にどのような異常汚染が発生し、それがどのような経路で汚染したかを知る手段が殆ど残されていないため、原因究明と抜本的な対策を取る事が非常に難しい。

従来、クリーンルーム中の分子汚染物質の計測は、予め定められた計測プログラムに従ってTENAX管による捕集やウエハ放置を行い、これをGC-MSで分析するのが一般的である。このような測定では、測定毎に検出される物質やその量が大きく異なるのが普通で、汚染発生源の特定や汚染と製品歩留まりの相関関係などを解析することができない。我々は、稼働状態にあるクリーンルームの分子汚染濃度と質はプロセス装置の稼働状況やプロセス内容によってダイナミックに変化していると考えており、その挙動を2次元的にリアルタイムで観測する方法を模索していた。その中で広島大学の奥山教授・島田助教授、朝日工業社らと、QCM(Quartz Crystal Microbalance)による分子汚染モニタへの可能性を検討し、クリーンルーム用の小型・高感度のQCMモニタ装置を開発した。⁽¹⁾

2. QCMの動作原理

Quartz Crystal Microbalanceは名前の通り、水晶振動子を使った高感度の質量計で、古くから蒸着膜厚モニタなどの計測装置として使われてきた。QCMの動作原理は、振動する振動子表面に汚染が付着すると重くなり、共振周波数が低下する原理を用いている。1Hz当りのQCM感度 δ_m (g/Hz)と水晶振動子の共振周波数 f_0 との関係は、Sauerbreyの式より⁽²⁾

$$\delta_m = -4.42 \times 10^5 / f_0^2 \dots (1)$$

と表せ、共振周波数の二乗に半比例する。(1)式より、1MHzの振動子では0.442 μ g/cm²/Hzの感度がある事が判る。

3. クリーンルーム用分子汚染モニタの仕様

クリーンルーム中の分子汚染は、付着量も少なく密度も低いため1ng/cm²以下の高い検出感度が必要となる。また、クリーンルーム中の分子汚染環境の濃度分布と変動状況の把握や、汚染発生源の特定を行うには、広い範囲にわたって2次元的な汚染変動状況をリアルタイムに計測できる事が必要である。QCMの検出感度は(1)式より共振周波数が高い程良いが、周波数に半比例して水晶板が薄くなり取り扱いが難しくなる。また、QCM以外にもSAW(Surface Acoustic Wave)素子を用いる方法もあるが⁽³⁾、計測目的に合わせてセンサを任意に変える事が難しいのでQCM方式を採用した。クリーンルーム中で各種の共振周波数を用いて試験評価した結果、十分変動を観測できて取り扱いの容易な25MHzが最適と判断した。さらに、プロセス装置周囲を十分カバーできる様に、長さ10mのケーブル付きセンサ5個を同時観測できる構成で、プロセス装置の保守点検の妨げにならないように軽量・小型化(W:19.5cm, D:16cm, H:5cm)を図った。

4. QCMセンサの感度校正

Sauerbreyの(1)式より、25MHzのQCMセンサ感度は0.707ng/cm²/Hzと計算されるが、センサ表面にベース真空度10⁻⁷Paの電子ビーム蒸着装置でSi薄膜を形成して感度校正を行った。Si膜厚の計測は、蒸着装置内のQCM膜厚計(Inficon社製 Model XTM/2)で行い、物性値はバルクSiの値を用いた。

有機溶媒超音波洗浄直後と製膜直後の共振周波数を計測してその周波数変化量と形成した膜の重さから求めた。両面にそれぞれ約20nmづつ合計41.3nmのnon-doped Si膜を形成した場合の周波数変化はTable 1の様であった。

Befor depo.(Hz)	After depo.(Hz)	Deff.(Hz)	Sensitivity
25021171.83	25011196.96	9974.87	0.965 ng/Hz
25024629.55	25014618.41	10011.14	0.961 ng/Hz
25019202.10	25009224.71	9977.39	0.964 ng/Hz

Table 1: QCM sensor calibration

この実験で求めた 25MHz センサの感度は、0.96 ng/cm²/Hz となり、Sauerbrey の式から求めた値 0.707 ng/cm²/Hz に比べて 36% 程低い値となった。我々の QCM センサは、センサ両面に分子汚染が付着する構造になっており、表面付着量を評価する場合の感度は 0.48 ng/cm²/Hz となる。

5. センサ表面への付着特性評価

実験は水と Isopropyl Alcohol (IPA) を塗布してパブリックし、これを乾燥窒素で希釈して 1l/min としたものを直径 30mm のパイプ中に均一に流して行った。測定は同一条件で評価するため、2種類のセンサをパイプ中心から ±5 mm 離して平行に設置して行った。

5.1 水の付着特性

Fig. 1 に Si 表面と Au 表面への水の付着特性を示す。水分の吸着は Si および Au 表面には相湿度に比例して付着する事が判る。一般的なクリーンルーム環境の 50%RH では Au 表面に約 5ng/cm² の水が付着しているが、Si 表面には 29ng/cm² と 6 倍もの水が付着している。

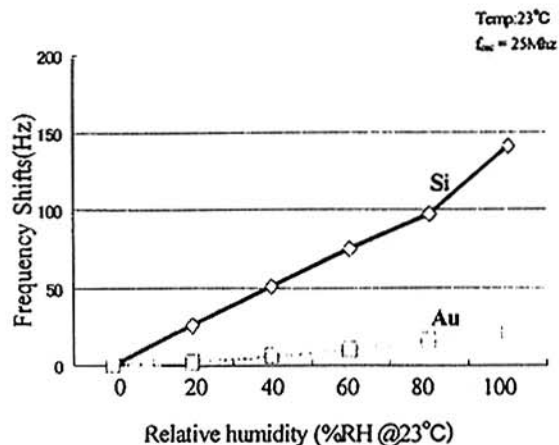


Fig.1 H₂O adsorption characteristics on Au & Si surface.

5.2 Isopropyl Alcohol の付着特性

Si および Au 表面への IPA の付着量を Fig.2 に示す。IPA は水と異なり蒸気圧が高くなると付着量が増加する非直線的な付着挙動を示す。特に Si 表面へは低蒸気圧で大きな付着特性を示している事が判る。

Au 及び Ag 表面に対する IPA の付着挙動は、乾燥窒素雰囲気中では両者殆ど同じであった。Fig.3 に Ag と Au 表面センサの相関をみると、良い直線性を示しており、殆ど同じ付着特性を示している事が判る。Ag センサの方が 15% 程多く付着しているが、これは水晶板の研磨荒さの差によるものと考えている。

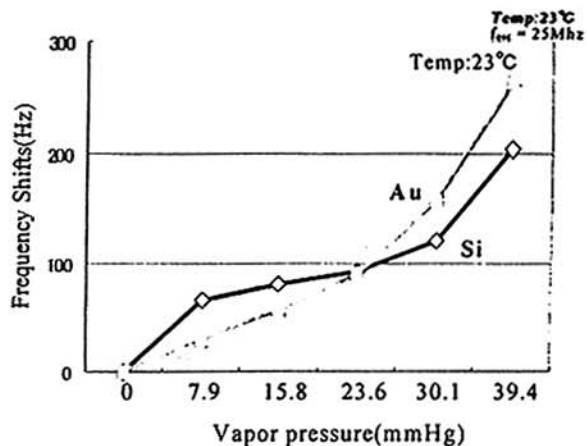


Fig. 2 IPA adsorption characteristics for Au & Si surface.

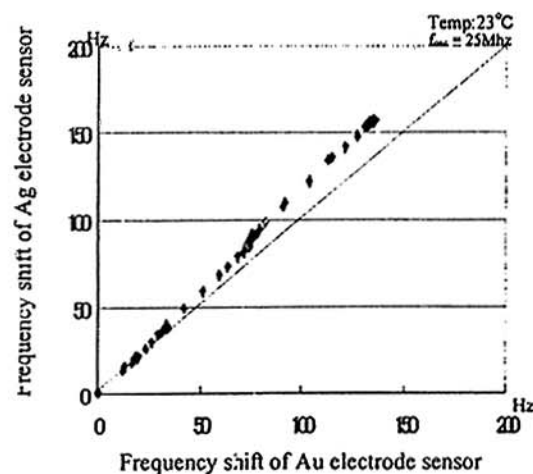


Fig.3 Correlation with IPA adsorption of Au & Si surface.

6. 半導体クリーンルームでの観測

開発した QCM モニタ装置を使って半導体クリーンルーム中の汚染発生状況を観測した例を紹介する。

6.1 Photo resist coater/developer 周辺での観測

古い工場の Photo 領域では Photo resist 特有の臭気がある程分子汚染濃度の高い事が多い。周辺領域への分子汚染拡散状況を調査するため、Coater/developer 周辺の分子汚染発生状況を観測した。Fig. 4 は Coater/developer の Carrier station 付近から Stepper 方向に向かって 4 箇所 Ag 電極センサを配置して 1 週間観測した例を示す。この観測では、初日・3~4 日目・6~7 日目に幾つかのピークがある大きな増加と、その間のなだらかな増加を観測された。1 週間の変化量は、Carrier station 付近が約 1100Hz (528ng/cm²) と最も多く、Stepper 方向に向かって徐々に少なくなっており、Carrier station 付近に汚染発生源があると考えられる。変化の大きかった 3 日目の No.1 センサの変動とウエハ処理状況との相関解析を行った結果を Fig.5 に示す。図の横軸は午前零時から 24 時までを示しており、上の図は Carrier station 部センサの観測結果・中間の図はその変化率・下の図はロット処理状況を示している。汚染濃度の増加は 3 時、8 時、9 時頃発生しているが、ロットの処理状況とは明確な相関がみられていない。この急激な増加の原因を調査している。

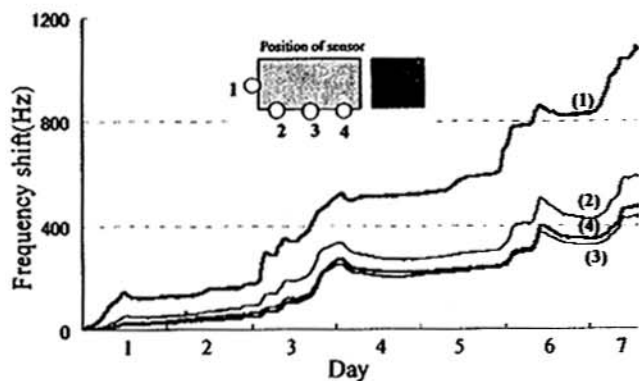


Fig.4 Observation around coater/developer

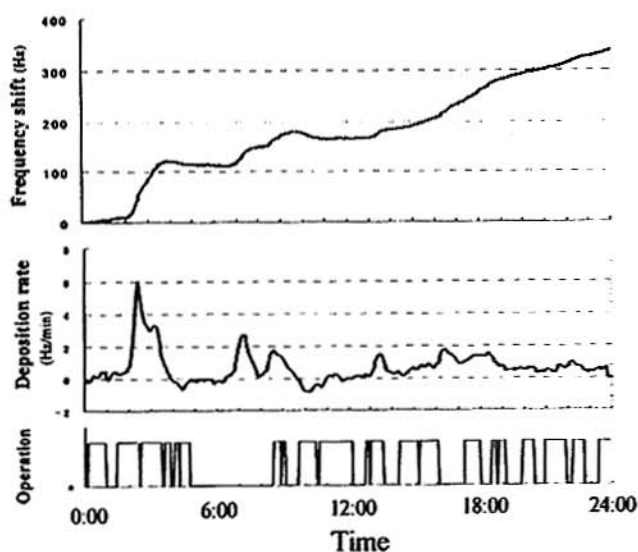


Fig.5 Analysis between equipment operation sequence and contaminants emission timing.

6.2 CVD 炉での観測

Fig.6 に 8-inch 縦型炉の裏面排気口付近に設置して観測した例を示す。炉体から処理が終わったウエハが引き出され始めると共に大きなピークが観測される。また、観測データ中に周期性のある細かい変動や、隣接する装置からの汚染の影響が明確に観測されている。

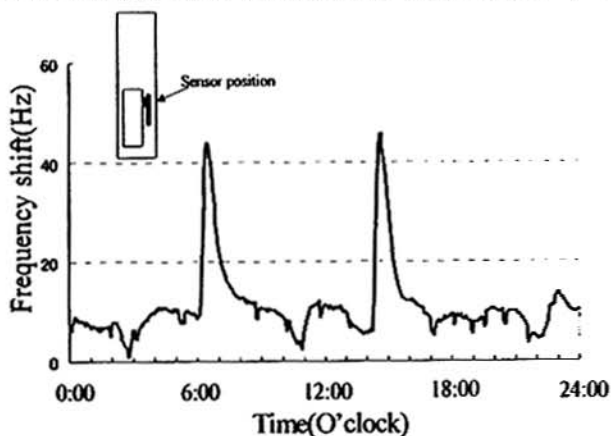


Fig.6 Observation at back side of furnace

この位置でさらに1週間の観測を続けた場合、Fig.7 に示す様に処理

に対応して増減する成分と、序々に直線的に増加していく成分とが観測される。この場所での1日あたりの汚染付着量は約 $2.4\text{ng}/\text{cm}^2/\text{day}$ であった。このプロセスに対応して増減する成分は、比較的気相中の濃度が高く蒸気圧の高い成分に対応しており、序々に直線的に増加している成分は、気相中濃度が低く蒸気圧の低い分子量の大きな有機物に対応していると考えている。

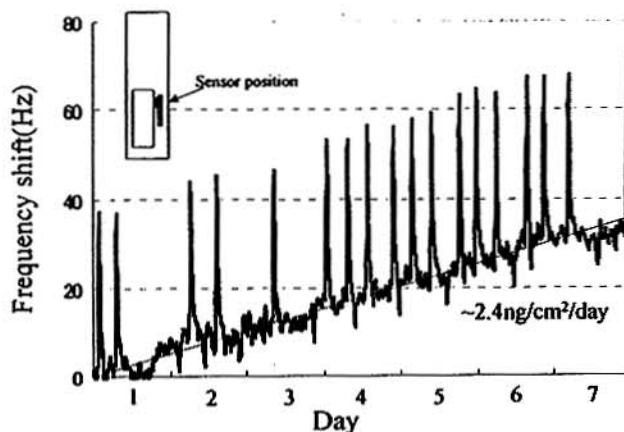


Fig.7 1 week observation at back side of furnace

7. まとめ

小型・高感度の多点観測ができる QCM 分子汚染モニタ装置を開発し、半導体工場のクリーンルームで分子汚染環境の挙動を観測している。その結果、クリーンルーム中の分子汚染環境がプロセス装置の稼働状況や外気環境の変化によってダイナミックに変動している様子を観測する事ができた。この QCM モニタ装置による観測を継続し活用する事で、クリーンルーム中の分子汚染環境の突発的な変化やプロセス装置からの分子汚染発生状況を把握出来る事が判った。この QCM の観測と従来の計測技術とを組み合わせる事で効果的な計測や汚染対策を取る事ができると考えている。今後本装置を各半導体工場に配備して、分子汚染障害解析や汚染観測・管理技術に使っていく。汚染物の付着・脱離機構についてご指導頂いた、広島大学の島田先生、横浜国大の羽深先生に感謝いたします。

参考文献

- 1) 島田 学, 奥山 喜久雄 他: 空気清浄第 40 巻第 4 号. p24. 2002
- 2) G.Sauerbrey, Z.Physik, 155,206 (1959)
- 3) PMS 社 AiM-100/FT