

ウェハ洗浄プロセスにおける薬液中での フィルター除粒子性能評価

日本ポール株式会社 応用技術研究所
橋本 正利

（ 本稿は、第60回応用物理学会2013年春季学術講演会講演要旨、
原題: "Removal efficiency with actual chemical for wafer cleaning process" に追加編集したものです。 ）

1. はじめに

近年、半導体製造プロセスの微細化が進むにつれて、ウェハ洗浄プロセスに使われるフィルターにおいても、ナノ領域のろ過精度が要求されてきている。これまで我々は定格ろ過精度30nm以下のフィルターの除粒子性能評価手法として、①標準粒子：金ナノ粒子、②粒子径測定：DLS（動的光散乱）、③粒子濃度定量測定：ICP-MS（誘導結合プラズマ質量分析計）の3つを組み合わせ、常温純水中にてフィルターの吸着効果を抑制させた条件下での試験を提案してきた^{[1][2]}。さらに金以外の金属ナノ粒子においても同様の手法が展開できる可能性についても検討を行ってきた^[3]。

実際のフィルター使用環境においては、水以外の各種薬液にも使用されている。（図1参照）さらなる応用として、今回、薬液中におけるフィルターの除粒子性能評価手法の検討を実施した。

今回、洗浄薬液として広く使用されているSC-2（塩酸、過酸化水素水、水の混合液）をターゲットとし、pH1希塩酸を試験液として、除粒子性能評価手法の検討を行った。

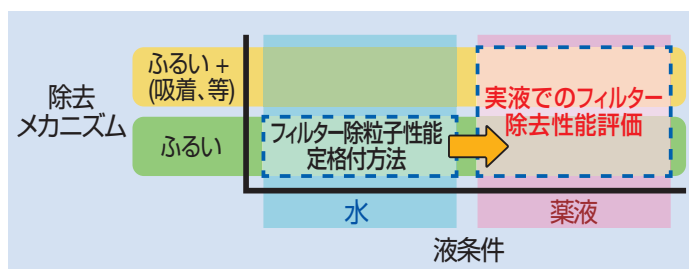


図1：ろ過試験条件

2. 実験

pH1希塩酸中に安定分散する粒子として、ジルコニア（ ZrO_2 ）微粒子を評価用粒子として使用した。この微粒子の各液における粒子径（流体力学径）とゼータ電位を測定し、液中での粒子安定性評価を実施した。続いてフィルターメンブレンを用いたろ過における除粒子性能評価試験を実施した。

図2に除粒子性能試験スタンドを示す。常温のpH1希塩酸中にジルコニア粒子を分散させ、直径47mmディスク形のフィルターメンブレンに、一定流量でろ過試験を実施した。一次側液（試験液）と二次側液（ろ液）をサンプリングし、液中のジルコニウム濃度をICP-MSで測定し、フィルターメンブレンの除粒子性能評価を行った。試験に使ったフィルターは、SC-2ろ過に推奨される表面改質PTFEフィルター（ろ過精度15nm）と高非対称ポリアリールスルホン（PAS）製フィルター（ろ過精度10nm）とした。

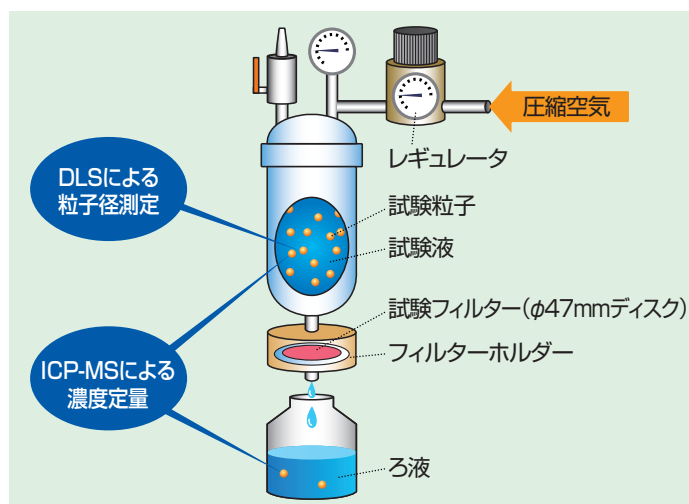


図2：除粒子性能試験スタンド

3. 実験の結果と考察

表1に、ジルコニア微粒子のDLSによる流体力学径の測定結果を示す。pH1希塩酸中、純水中共に10nm程度となり、粒子径が安定していることを確認した。また、ゼータ電位は、pH1.5

希塩酸中でプラスに荷電していることを確認した（使用したゼータ電位測定器のpH範囲は1.5以上であるため、pH1.5にて測定を実施し、pH1のゼータ電位にごく近いと考え議論を進めた）。



これはウェハ洗浄プロセスで捕捉ターゲット粒子として考えられているシリカと同じ符合であることから、模擬粒子として適当であると考えられる。

次に、図3に、フィルターメンブレンに対する除粒子性能試験結果を示す。試験はn2にて実施した。どちらのフィルターにおいても、高い除粒子性能が確認された。この要因を調査するべく、粒子およびフィルターメンブレンのゼータ電位を測定した。図4にゼータ電位測定の結果を示す。pH1.5希塩酸中では、ろ過精度15nmの表面改質PTFEフィルターメンブレンは等電点付近である。粒子はプラスに荷電している。表面改質PTFEフィルターと粒子の間に、静電的な力は働かないと考えられる。またろ過精度10nmの高非対称PASフィルターメンブレンはプラ

スに荷電しており、高非対称PASと粒子の間に静電的な斥力が働くと考えられる。

図5に、フィルターと粒子の静電的な力関係イメージを示す。今回の試験で、静電引力が働かない、もしくは斥力が働く領域においても高い除粒子性能となった理由はフィルターメンブレンのふるい効果によるものと考えられる。

表1：試験粒子の粒径測定結果（流体力学径）

ZrO ₂ 粒子（pH1希塩酸中）	ZrO ₂ 粒子（純水中）
10.4 nm	10.8 nm

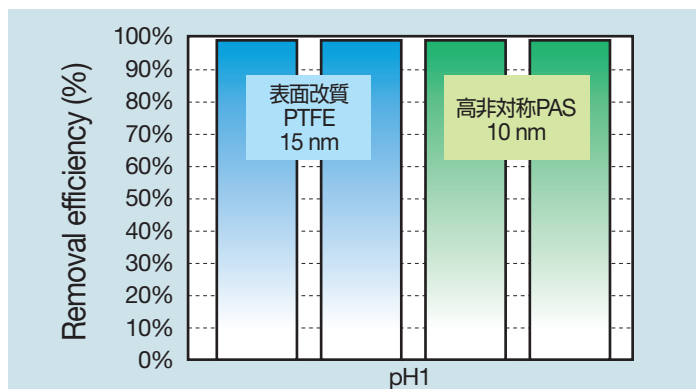


図3：pH1希塩酸中における除粒子性能試験結果（試験はn2で実施）

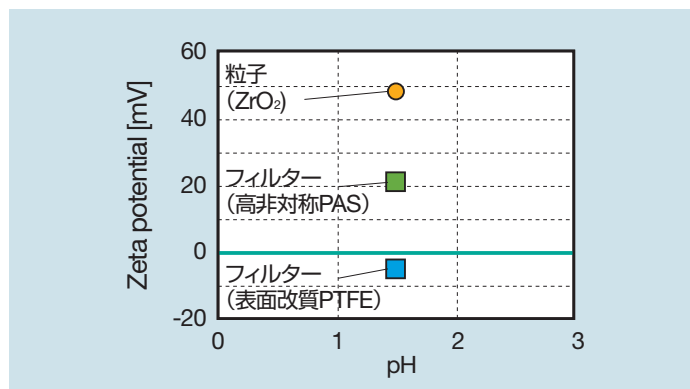


図4：ゼータ電位測定結果

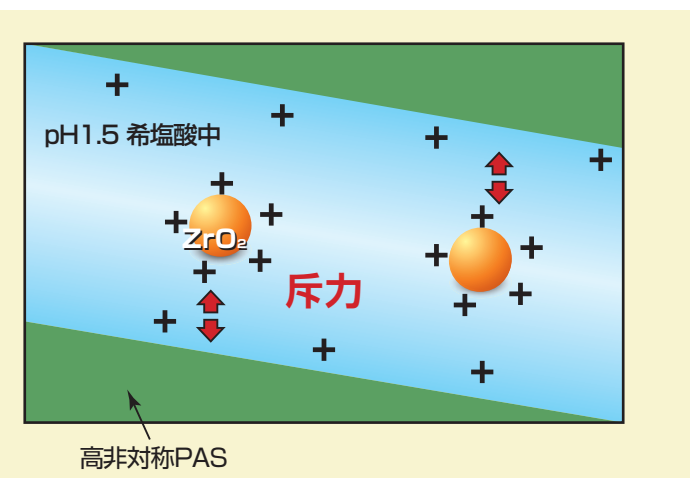
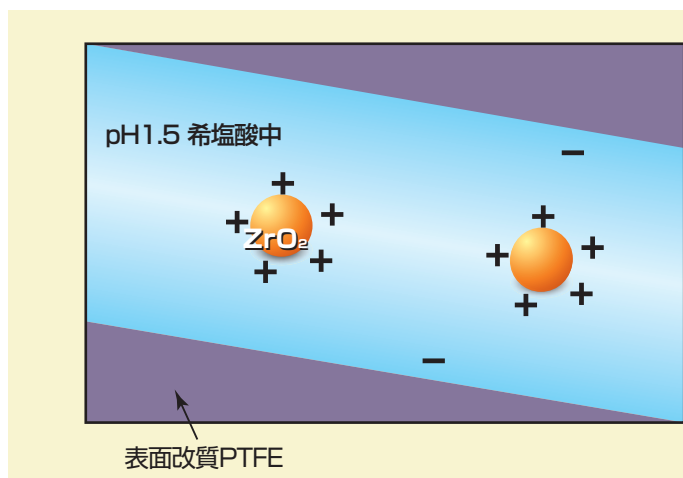


図5：pH1希塩酸中でのフィルターと粒子の関係（イメージ）

4. 終わりに

今回、実液中にて安定分散する適切な金属もしくは金属酸化物ナノ粒子を選択することで、実液中のフィルターの除粒子性能評価が実施できることを示した。また除粒子性能を決定する因子の一つとして、静電引力による吸着作用があることはこれまで知られていたが、その定量的評価の可能性が示唆された。ろ

過精度に比べてさらに小さい粒子を使用することで、定量的評価が行える可能性がある。今後は、SC-1もしくはSC-2や、高温SPM中におけるフィルターの除粒子性能評価に取り組んでいく予定である。

参考文献

- [1] 水野, 並木, 都築, 沼口, 第69 回応用物理学会学術講演会予稿集, No. 2, 2008 (3p-CD-11)
- [2] T. Mizuno, A. Namiki, and S. Tsuzuki, IEEE transactions on semiconductor manufacturing, Vol. 22, No. 4, pp. 452-461, 2009
- [3] 水野, 都築, 坂本, 沼口, 第72 回応用物理学会学術講演会予稿集, 2011 (30a-W-11)

お問い合わせ 詳しい内容につきましてご質問がありましたら、下記までお問い合わせください。

【マイクロエレクトロニクス事業部】 TEL.03-6901-5700