Technical Paper 技術論文



新洗浄プロセスを適用したフィルターを用いた Wet Particleの要因同定および低減

日本ポール株式会社 応用技術研究所 梅田 徹

本稿は、SPIE Advanced Lithography 2014において、株式会社SCREENセミコンダクターソリューションズ殿との共著にて、 原題"Wet particle source identification and reduction using a new filter cleaning process"^[1] で発表した内容を編集したものです。

1. はじめに

Wet Particleと呼ばれるスピンコート後のウェハ上欠陥は、 リソグラフィ用コーターデベロッパー内の薬液吐出ライン の立ち上げ状態を示す指標として広く利用されています。 フィルター立ち上げ時のWet particleを削減できれば、薬 液量、予防的メンテナンス (PM)時間双方の削減に効果が あると言えます。ウェハ表面検査装置の解像度が30nm以 下へと微細化されることによって、フィルター取り付け後 のWet Particle数は顕著に増加し、課題となっています。 一般的にWet Particle要因を同定することは、ナノスケー ルの異物を直接分析する方法が存在しないため困難ですが、 以前の検討ではマイクロバブルを一つの要因として推定し、 いくつかの推奨フィルター立ち上げ方法を示しました^[2-4]。 今回の検討においては、フィルター部材の清浄度がWet Particleに及ぼす影響を、新洗浄方法で処理したフィルタ ーサンプルを用いて評価しました。さらに、フィルター溶 出物とWet Particleの関係について詳しく調査しました。

2. 実験方法

2.1. 粒子清浄度および溶出物評価

Wet Particleに及ぼす影響を調べるため、従来品 (フォト クリーンEZD-2Xフィルター)および新洗浄プロセス適用 品(フォトクリーンEZD-2Xフィルター、XPオプション) について粒子清浄度および溶出物評価を行いました。粒子 清浄度は超純水を使用し、40nm以上の計測が可能なリオ ンKS-18FX液中パーティクルカウンターを使用し、試験 フィルター2次側の粒子を計測しました。抽出試験として は、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート (PGMEA) あるいは塩化メチレンをフィルターカプセル に注入し、24時間浸漬を行いました。PGMEA抽出液に ついては誘導結合プラズマ-質量分析計 (ICP-MS)を使用 した、Li, Na, Mg, Al, K, Ca, Mn, Fe, Ni, Cu, ZnおよびPbの 定量と、ガスクロマトグラフィ-質量分析計(GC-MS)を 使用した有機物の定量を行いました。塩化メチレン抽出液 は蒸発乾固させ、不揮発性残渣物量(Non volatile residue=NVR) を測定しました。

2.2. Wet Particle欠陥評価

Wet Particle欠陥評価用シリコンウェハは、SOKUDO DUOを用いて試験フィルターに通液させたTOK OK73シン ナーをスピンコートし作製しました。Wet Particle欠陥の 検査は、KLA-Tencor Surfscan SP3を使用しました。 検査は、従来の>60nmと最新の>26nmという2つのクラ イテリアにて行いました。通液は、4L通液の時点における 一時停止を除いては連続して行い、欠陥検査の間隔は 500mL通液毎としました。

2.3. 有機物添加試験

どの有機物がWet Particleに最も影響するかを調べるた め、OK73シンナーに有機物を故意に添加したものを用い てWet Particle欠陥評価を行いました。従来品 (XPオプシ ョンなし)のフォトクリーンEZD-2Xフィルターの抽出液か ら一般的に検出される、炭化水素類1種類(hydrocarbon 1-1)、添加物2種類 (additive 1-1,1-2)、また別種の添加 物1種類 (additive 2-1) をそれぞれ0.1mg/Lの濃度で OK73シンナーに添加したものを作製しました。各有機物 添加シンナーはその後、電子工業用ではない添加試薬中に 存在することが想定される微粒子を除去するため、問題の 有機物を含有しないろ過精度20nmのフッ素樹脂製フィル ター(ミニ・クリーンチェンジフィルター) でろ過を行いま した。有機物添加シンナー10mLを300mmシリコンウェ ハにスピンコートし、26nm以上のWet Particleを Surfscan SP3を用いて測定しました。何も添加せずに同 様の処理をしたOK73シンナーをBlankとしました。

Technical Paper 技術論文

3. 結果と考察

3.1. 粒子清浄度および溶出物評価

結果を図1-3および表1に示します。フィルターの洗浄プロ セスの違いに対して、>40nmの純水中粒子清浄度および 金属溶出量にほとんど差はありませんが、新洗浄プロセス (XPオプション)を適用したフィルターはNVRと有機溶出 物が顕著に低減されていると言えます。今回のサンプルの ような高密度ポリエチレン(HDPE)ハードウェアを使用 したフィルターのNVRはフーリエ変換赤外吸光分析(FT-IR)に基づき、有機物が主体であると推定されることから、 新洗浄プロセスを適用したフィルターにNVRが少ないとい う結果は、GC-MSで同定された結果とともに有機溶出物が 少ないことを示していると考えられます。

この実験において、NVR, ICP-MSおよびGC-MSで検出された溶出物量は、実際のユースポイントにおいては、フラッシングされてしまう初期の溶出物であり、また、24時間 浸漬を実施していることから、実際のユースポイントより も大幅に高い値となっていると推定されます。



図1:純水通液におけるフィルター2次側の>40nmパーティクルカウント エラーバーは測定期間における標準偏差を示す



図2: PGMEA24時間浸漬におけるフィルターの溶出金属量(12元素合計) エラーバーは2サンプル測定における最大、最小を表す



- 図3:塩化メチレン24時間浸漬によるフィルターの不揮発性蒸発残渣物 (NVR)量 エラーバーは2サンプル測定における最大、最小を表す
- 表1: PGMEA24時間浸漬におけるフィルター溶出物のGC-MS分析結果 ヘキサデカン換算値 (単位: mg/L), 検出下限値=0.15 mg/L, 定量下限値=0.5 mg/L

Library search results	フォトクリーンEZD-2X		フォトクリーンEZD-2X (XPオプション)	
	Sample 1	Sample 2	Sample 1	Sample 2
Hydrocarbon A	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5
Hydrocarbon B	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5
Hydrocarbon C	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5
Hydrocarbon D	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	Not detected	Not detected
Additive A	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	Not detected	Not detected
Hydrocarbon E	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	Not detected	Not detected
Hydrocarbon F	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	Not detected	Not detected
Additive B	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	Not detected	Not detected
Additive C	> 0.15, < 0.5	> 0.15, < 0.5	Not detected	Not detected

3.2. Wet Particle欠陥評価

フィルター立ち上げ時におけるWet Particleの傾向を図4 と図5に示します。ここに示した>60nmと>26nmといっ た検査基準の違いにより、フィルター洗浄プロセスによる Wet Particleの傾向が顕著に異なると言えます。



3.2.1. 従来の検査基準 (>60nm) における評価

図4に示すように、>60nmの検査基準においては、今回 適用した新洗浄プロセスによる影響はほとんど見られま せんでした。



図4:>60nmの検査基準におけるペアシリコンウェハ上のWet Particle数 vs. SOKUDO DUOでのフィルター取り付け後薬液消費量 試験液:TOK OK73シンナー KLA-Tencor Surfscan SP3によるWet Particle検査結果

3.2.2. 最新の検査基準 (>26nm) における評価

対照的に、図5に示すように、>26nmにおける評価においては、欠陥数の差が顕著に見られました。通液量500mLにおける新洗浄プロセスを適用したフィルターのWet Particle数は、従来フィルターの約1/10となり、さらに、通液量4Lにおける一時停止後に従来フィルターにおいて見られたWet Particle数の再上昇は新洗浄プロセス適用フィルターにおいては見られませんでした。この結果により、新規開発した洗浄プロセスは、有機溶出物低減に効果があると言え、また、有機溶出物はWet Particleの要因である可能性があると言えます。新洗浄プロセスはまた、現在最新の30nm以下の性能を持つ検査において有効であると言えます。



図5:>26nmの検査基準におけるペアシリコンウェハ上のWet Particle数 vs. SOKUDO DUOでのフィルター取り付け後薬液消費量 試験液:TOK OK73シンナー KLA-Tencor Surfscan SP3によるWet Particle検査結果

3.3. 有機物添加実験

図6に、添加した各有機物の融点に対する有機物添加OK73 シンナーをスピンコートしたシリコンウェハ上のWet Particle数を示します。ボトリング、液輸送や手動塗布等の 作業によると考えられる高いBlank値となっていますが、実 験結果は十分に有意差があると考えられます。この結果か ら、Wet Particle数は添加した有機物の実験時における状 態に関連しているように見えます。具体的には、実験温度 (23°C)において、液体あるいは液体に近い状態である additive1-1, 1-2はBlankレベルであるのに対して、固体で あるhydrocarbon1-1およびadditive 2-1は顕著に高いカウ ントとなっています。

有機物の状態がWet Particleに関連するという理由は次の ように考えられます。有機物が液体の場合、スピンコート 後に薄いフィルム状になるか、蒸発してしまい、Wet Particleとして検出されないと考えられます。一方、有機物 が固体の場合は、スピンコート後に固化し、Wet Particle として検出されたと考えられます。



図6:4種の有機物を添加したOK73シンナーをスピンコートした ベアシリコンウェハ上の> 26 nm Wet Particle数 vs. 添加有機物の融点 KLA-Tencor Surfscan SP3によるWet Particle検査結果



4. 結論

有機溶出物を低減するために開発された新洗浄プロセス を適用したフィルターは、フィルター立ち上げ時および 通液一時停止後のWet Particleを低減可能であることが わかりました。この結果は、フィルターの構成材料から 溶出される有機物が最新の検出感度で検出されるレベル のWet Particleの要因である可能性を示唆しています。 さらに、有機物添加実験において、従来品の溶出物とし て検出される有機物のうち、固体のものが実際にWet Particleを増加させることがわかりました。 Wet Particle評価に60nm以下の検出感度が必要な最新 のリソグラフィプロセスにおいては、XPオプション適用 製品を推奨いたします。また、従来製品は、すでに確立 されたプロセスには対応可能です。今回の実験結果は、 次世代リソグラフィ用フィルター製品の開発、半導体デ バイス製造における薬液の削減およびPM時間の削減の双 方に役立つものと言えます。

参考文献

- [1] Umeda, T., Tsuzuki, S., Morita, A., Shimizu, H., "Wet particle source identification and reduction using a new filter cleaning process," Proc. SPIE 9051, 90511F (2014).
- [2] Umeda, T., Tsuzuki, S., Numaguchi, T., Sato, N., Yamamoto, C. and Sato, M., "Start up Optimization for Point-of-Use Filter in Lithography Process," Proc. ISSM, p. 497 (2007).
- [3] Umeda, T., Tsuzuki, S., Numaguchi, T., "Effective Start up Study and Factor Analysis for Lithography Process Filter," Proc. ISSM, p. 27 (2010).
- [4] Umeda, T., Sugiyama, S., Nakamura, T., Momota, M., Sevegney, M., Tsuzuki, S., Numaguchi, T., " Solvent pre-wetting as an effective start-up method for point-of-use filter," Proc. SPIE 8325, 83252H (2012).

■●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