

# 半導体業界向け液中微粒子除去フィルターの標準化推進 —日本企業がリードして世界標準を策定—

株式会社東芝 デバイスプロセス開発センター/SEMIスタンダード日本地区 リキッドケミカル委員会 幹事 富田 寛

## 1. はじめに

半導体デバイス微細化の進展に伴い、ITRSロードマップで示されている除去すべき「Critical Particle」のサイズは年々微小化の一途をたどっており、特に2013年以降、そのCritical Particleサイズは15nmを下回ります。半導体デバイス製造に用いられるレジスト、シンナーならびに洗浄薬液などに混入している微粒子は、ITRSロードマップに準拠するならば、15nmサイズ以上のものを除去、管理が必要となります。上記材料・薬品を製造する化学材料メーカーだけでなく、材料・薬品を使用する半導体製造装置メーカー側にも、装置内からのCritical Particleサイズ以上の微粒子の発塵を抑えることが必要になります。その対策のひとつとして、半導体デバイス製造に関わる材料・薬品・製造装置のすべてに、最先端の液体材料向けの微粒子除去フィルターの使用が考えられます。

## 2. 近年の課題

従来からフィルターの評価には、液中パーティクルカウンター(Liquid Particle Counter: 以下、LPC)が広く用いられてきました。フィルターの除粒子性能評価には、ポリスチレンラテックス(PSL)粒子のようなモデル粒子(標準粒子)を用いて「ろ過試験」を行い、その粒子の検出にLPCが使用されてきました。しかしながら、粒子計測に用いられるLPCは各社各機種で仕様が異なっており、さらにフィルターの除粒子性能評価も、メーカー間で異なっています。その結果として、フィルターを使うユーザー側での性能比較を行うのが難しいのが実情です。また、液体材料向け微粒子除去フィルターは、半導体微細化の歴史と同様に、Critical Particleサイズが小さくなるにつれポア径(シービング径)の縮小化が進められてきました。しかし、近年の微細化の速さには対応困難な状況になりつつあります。その理由は、従来フィルター評価用に用いているLPCが、液体材料中のPSL粒子で40~50nmサイズの微小粒子サイズまでしか計測できない技術的な課題があるからです。

## 3. 標準化検討会の設立とSEMIスタンダード技術委員会との連携

このような背景から、フィルターメーカーならびに微粒子計測機器メーカー各社が、共通の課題を解決するために議論を公に行う「リキッドケミカル標準化検討会(以下、検討会)」を2008年12月に設立しました。検討会はSEMIにおける正式な組織ではありませんが、SEMIスタンダード日本地区リキッドケミカル技術委員会(以下、LC委員会)傘下のタスクフォース(以下、TF)で標準化作業をする前段階の、言わばプレTF的な活動を行って

います。参加メンバーとして、デバイス・装置・部材・薬液メーカー、産業技術総合研究所の技術者・研究者らが一堂に会し、議論を約月1回の頻度で行い、活発に活動を行っています。当検討会で議論を深めた後、参加メーカーはそれぞれの海外法人、関係会社への事前確認(承認)を進め、SEMIスタンダードまで落とし込めると判断された案件は検討会からLC委員会のTFに移管し、具体的な標準化作業を進めています。この検討会から既に2つのTF(LF TF、LPC TF)を立上げ、3つのドキュメントを作成中です。

現在、本検討会では、20nm以下の液中微粒子の計測方法と液体ろ過用フィルターの除粒子性能の評価法の標準化を目指した議論を進めています。業界共通の「フィルター評価の目」としての標準化手法を議論すると同時に、「20nm以下の標準粒子」とその粒子を使用して、「フィルターの除粒子性能評価方法」までを標準化することをターゲットとしています。本検討会は、日本国内ではJEITA半導体技術ロードマップ専門委員会、海外ではSEMIスタンダード北米地区LC委員会と連携をとり、議論を進めています。

次に現在活動中の2つのTF活動状況を紹介します。

## 4. Liquid-borne Particle Counter Task Force (LPC TF)

光散乱現象を利用したLPCは、連続したリアルタイム測定が可能であること、操作が簡便であることなどを特徴として、液中の浮遊粒子の測定管理に広く利用されています。2007年には、LPCの性能評価法がISO 21501-2として規格化され、一定の国際標準が設けられています。一方、半導体デバイスの微細化に伴い、特に液体中粒子の管理粒径も微小化が進み、粒径100nm以下の粒子を対象とすることが通常となっています。しかし、粒径100nm以下の粒子を測定するLPCは、汎用LPCを対象とするISO規格を適応することが困難で、現在、メーカー・ユーザーが共有化できる性能評価法がありません。また、粒径100nm以下の粒子を対象とするLPCの多くが、各社独自の基準による一部検出方法が採用されており、測定値のバラツキも大きく、計測機器メーカー間の計数性能差の改善が望まれていました。

そこで、粒径100nm以下の粒子を対象とするLPCの計数性能の評価方法を、SEMIで標準化することを計画しました。ISO規格は、より高感度のLPCの計数値を個数濃度標準としているので、最先端性能を発揮するLPCには、実際上はこの手法は適応できません。当TFでは、試験粒子原液の質量濃度と定量希釈率によって明示された試験粒子の個数濃度を基準として、LPCの計数性能を評価する手法を規格化することを進めています。この評価法によって、試験粒子に対するLPCの計数性能(計数効率)を

定量的に示すことができるため、実試料測定時の計数値の管理（補正）が可能になります。将来的には、市場にあるLPCの性能が一定の範囲に収束されることが期待できます。またこの評価試験方法は、試験粒子を現行のPSL粒子に限定する必要がなく、粒径分布特性が保証された試料であれば、他の物性の粒子を試験粒子として使用することの可能性も有しています。

### 5. Liquid Filter Task Force (LF TF)

精密ろ過フィルターは、数十年前に開発され、当初、飲み水の確保に使用され、その後、いろいろな食品、医薬分野や工業分野、半導体業界などで使用され、発展してきました。フィルターの異物除去性能を試験する場合、使用される分野によって、その方法はさまざまです。たとえば食品、医薬分野では、食品衛生法や薬事法などで定められ、指標菌などを用いてフィルターの試験が行われています。一方、半導体業界ではSEMATECHでPSL粒子を用いた試験法が提案されています。しかし、その方法は十年以上前に開発された方法であるため、最先端デバイス製造に使用されているフィルターに適用するためには、改良もしくは、より現状に即した試験方法を開発する必要があります。LF TFでは、この点に留意し、現状に即したフィルター試験方法を検討会で十分議論し、それをベースに開発を行っています。具体的には、PSL粒子を用いた評価では、計測器として光散乱現象を利用したLPCが主に用いられてきました。しかし、最新のLPCにおいても、PSLを用いた検出可能な最小粒子径は40nm近傍となっており、近年、薬液用ろ過に使用される20nmや30nmのフィルターを評価することが困難な状況となっています。そこで、従来の50～200nmフィルター評価方法とは異なった方法を開発することが必要となり、各社独自に評価方法の開発を行っていましたが、その評価方法は各社各様であったため、評価方法の標準化を最初に行うため、LF TFが発足しました。第一段階として、50～200nm微粒子向けフィルターの評価方法について標準化を進めています。検討会にて各社各様であった評価方法を話し合い、フィルター試験方法に対する考え方、意識を共有化することで、評価方法を標準化できると判断しました。この検討会での議論が次のステップに進む大きな一歩となっています。

第二段階として、LPCを用いた50nm以下のフィルター評価方法について取り組んでいます。しかし、前述のように、LPCで測定可能な最小粒子径はPSL粒子で40～50nm近傍です。LPCは溶媒と粒子の種類によって、同じ粒子径でもその散乱強度が変わってきます。これは、溶媒、粒子によって屈折率が異なるためです。図1に粒子/溶媒の異なる組合せによる相対散乱強度の関係を示します。たとえば、PSL/水系での50nm PSL粒子での散乱強度を、金(Au)粒子/水系では20nm Au粒子で得ることができます。したがって、PSL粒子よりも屈折率の大きな粒子を用いると、LPCを使ってもより小さな粒子でのフィルター評価が可能

になります。現在、PSLよりも高屈折率の微小標準粒子が世の中にはありません。このような粒子特性を持ち、フィルター評価に用いることができる標準粒子の選定も、同TFにて、産業技術総合研究所 計測標準研究部門の協力を得て進めています。

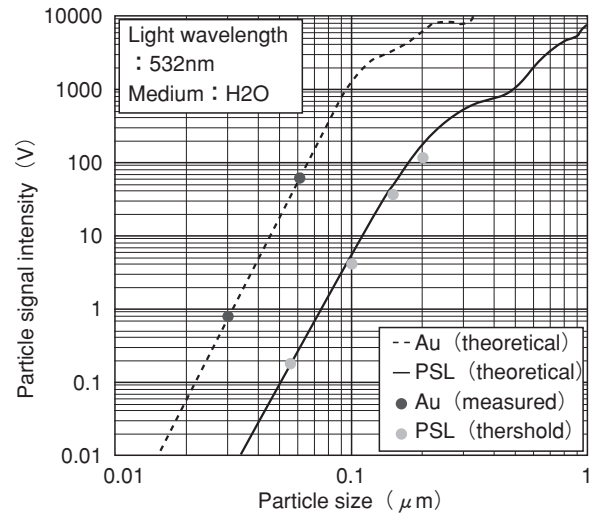


図1 相対散乱強度と粒子径の関係<sup>1)</sup>

### 6. おわりに

微粒子の計測技術と微粒子除去に使われるフィルターの性能は、半導体製造の歩留りに直結するキーファクターであると言えます。今回LC委員会で取り組んでいる微粒子計測手法と、微粒子除去に使われるフィルターの性能評価手法に関して、「業界共通の目となる標準化方法」を確立することは、半導体洗浄技術、材料技術に関わるすべての企業にとって有用であり、今後の半導体製造技術、ならびに材料技術の向上に寄与できると信じています。

日本国内には、半導体向けの最先端洗浄技術に関わる洗浄装置、洗浄薬品、純水、微粒子除去フィルターなど、数多くの優良企業があります。有用な世界標準となるドキュメントの作成を関係各位と協力して作成していきます。

### 謝辞:

同LC委員会にて共同幹事を務めていただいている大日本スクリーン製造株式会社 杉本憲司氏に感謝いたします。また、本原稿を作成するにあたり、タスクフォースリーダーとして精力的に活動を行っていただいている日本インテグリス株式会社 永淵琢也氏、日本ボール株式会社 水野豪仁氏、リオン株式会社 近藤郁氏、スペクトリス株式会社 加藤和年氏の協力をいただきました。ここに感謝いたします。また、同LC委員会に対して技術的なサポートをいただいている産業技術総合研究所 榎原研正氏、加藤晴久氏に深く感謝いたします。

### <参考文献>

1) リキッドケミカル標準化検討会資料(2010年5月27日)