

SEMI E45-1101 (Reapproved 0307)

気相分解－全反射 X 線分光法 (VPD/TXRF), 気相分解－原子吸収分光法 (VPD/AAS), 気相分解－誘導結合プラズマ質量分光法 (VPD/ICP-MS) を使用したミニエンバイロメントからの無機汚染分析のための試験方法

NOTICE: This translation is a REFERENCE COPY ONLY. If differences should exist between the English version and a translation in any other language, the English version is the official and authoritative version.

免責事項: この SEMI スタンダードは、投票により作成された英語版が正式なものであり、日本語版は日本の利用者各位の便宜のために作成したものです。万が一英語と日本語とに差異がある場合には英語版記載内容が優先されます。

SEMI スタンダード日本語翻訳版をご利用にあたっての注釈を本文の末尾に記載しております(「すべきである」「しなければならない」について等)。

本スタンダードは、Metrics Global Technical Committee で技術的に承認されている。現版は 2001 年 8 月 27 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2001 年 9 月に www.semi.org で。初版は 1995 年発行、前版は 2001 年 3 月発行。

NOTICE: This Standard or Safety Guideline has an Inactive Status because the conditions to maintain Current Status have not been met. Inactive Standards or Safety Guidelines are available from SEMI and continue to be valid for use.

1 目的

1.1 本試験方法は、ミニエンバイロメントによる無機質汚染レベルを決めるための分析手順を提供するものである。

2 範囲

2.1 本文書は、無機不純物に関係する。これら不純物は、原子、分子またはパーティクルとして存在するかどうかにかかわらず、金属汚染物を含む。分析する金属の数は、実用的な観点からミニエンバイロメントを迅速に特性付けるためにナトリウム (Na)、カルシウム (Ca)、鉄 (Fe)、銅 (Cu) の 4 種類に限定する。Na, Ca, Fe は人体源 (Na)、環境 (Ca) または装置と腐食作用 (Fe) からの汚染に関して非常に有害な不純物を代表するが、Cu は半導体製造において益々重要性を増しているため分析される。さらに、これら元素は、十分に低い検出限界で容易に分析できる。追加の元素を定量するのは、この試験方法の使用者次第である。回路およびデバイスに不適当なウェーハ表面金属汚染元素を表 1 (SEMI M1 に基づく) に示している。シリコンウェーハ表面の無機汚染は、VPD で収集される。

2.2 Ca および Fe の定量には、その検出限界が十分低いので VPD/TXRF が使用される。Na および Cu は、VPD-GFAAS または VPD/ICP-MS で定量される。これらすべての分析方法は、表面清浄度の特性付けを行うために広く使用されている。

2.3 本測定技術は、ミニエンバイロメントに対するプロセスステップの影響をチェックするためにも使用できる。

注意: このスタンダードおよび安全ガイドラインはその使用に関連した全ての安全上の問題を取り扱うことを意図していない。この文書の利用者は、その責任において、適切な安全および健康上実施すべき事項を決定し、また使用前に法規制やその他の制限への適用性を判断するものである。

表 1 回路およびデバイスに不適当なウェーハ表面金属汚染元素

元素	試験方法
Na	VPD/(AAS または ICP-MS)
Al	VPD/(AAS または ICP-MS)
K	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)
Cr	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)
Fe	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)
Ni	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)
Cu	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)
Zn	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)
Ca	VPD/(AAS または ICP-MS または TXRF)

3 参照スタンダードおよび文書

3.1 SEMI スタンダード

SEMI C28 — Specifications and Guidelines for Hydrofluoric Acid

SEMI C35 — Specifications and Guidelines for Nitric Acid

SEMI E19 — Standard Mechanical Interface (SMIF)

SEMI M1 — Specification for Polished Monocrystalline Silicon Wafers

3.2 ISO Standards¹

ISO 9001 — Quality Systems – Model for Quality Assurance in Design, Development, Production, Installation, and Servicing

ISO 14644-1 — Cleanrooms and Associated Environments – Classification of Air Cleanliness

3.3 DIN Standard²

DIN 12650-6 — Mechanical, Physical and Electrical Laboratory Apparatus; Piston Operated Volumetric Apparatus; Gravimetric Assessment of Metrological Reliability

注意： 別途指示のない場合、引用された全ての文書は最新版を指す。

4 用語

4.1 略語および頭字語

4.1.1 GFAAS (Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy) — グラファイト炉式原子吸光分光法

4.1.2 ICP-MS (Inductively Coupled Plasma – Mass Spectroscopy) — 誘導結合プラズマ-質量分光法

4.1.3 PFA (Perfluoroalkoxy) — パーフルオロアルコキシ

4.1.4 PTFE (Polytetrafluoroethylene) — ポリテトラフルオロエチレン

4.1.5 PVDF (Polyvinylidene fluoride) — フッ化ビニリデン樹脂

4.1.6 TXRF (Total Reflection X-Ray Fluorescence Spectroscopy) — 全反射 X 線蛍光分光分析法

¹ International Organization for Standardization, ISO Central Secretariat, 1, ch. de la Voie-Creuse, CP 56, CH-1211 Geneva 20, Switzerland; Telephone: +41.22.749.01.11, Fax: +41.22.733.34.30, <http://www.iso.org>

² Deutsches Institut für Normung e.V., Available from Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstrasse 4-10, D-10787 Berlin, Germany; <http://www.din.de>

4.1.7 ULSI (Ultra Large Scale Integration) – 超大規模集積回路

4.1.8 VPD (Vapor Phase Decomposition) – 気相分解

4.2 定義

4.2.1 ボックス (box) – カセットまたは基板用の保護搬送用容器。

4.2.2 カセット (cassette) – 1枚以上の基板（ウェーハ、マスクなど）を保持する、開放された構造の容器。

4.2.3 DI 水 (DI water) – 脱イオン水（特定比抵抗=18 MΩ·cm，正イオン：Na，Cu，Fe，Ca = 0.2 μg/L で規定される）。

4.2.4 ミニエンバイロメント (minienvironment) – 汚染や人から製品を隔離するために囲いを設けて作られた、局所に限定された環境。

4.2.5 ポッド (pod) – 標準メカニカルインタフェース (SMIF) を有するボックス (SEMI E19 参照)。

4.2.6 基準ウェーハ (reference wafer) – 清浄にしたウェーハ (§ 8.2 参照)。

4.2.7 サンプルングウェーハ (sampling wafer) – ある時間ミニエンバイロメントに曝すか、または既に曝された清浄なウェーハ (§ 8.2 参照)。

4.2.8 標準メカニカルインタフェース (SMIF) (standard mechanical interface) – ポッドと他のミニエンバイロメント間のインタフェース面 (SEMI E19 を参照)。

4.2.9 気相分解 (vapor phase decomposition) – 表面上の不純物をいわゆる VPD 手順で収集する方法，すなわち，ウェーハ表面上に酸化物を酸分解して形成した不揮発性生成物を薬品，通常は超純度フッ化水素酸，その他試薬または試薬の組合せで収集し，続いてその液滴を AAS または ICP-MS で分析するか，環境からの汚染を最小にしながら乾燥して，その液滴からの残留物を TXRF で分析する。

5 干渉

5.1 最悪の場合，ウェーハの事前準備によっては，汚染物吸着に対する異なる感度によって，異なる表面の特性を結果として示すことがあり得る。

5.2 TXRF 検出器は非直線性効果を示すので，より高い濃度レベル（検出器領域の下で $>10^{13}$ 原子/cm²）においては重要となる。

5.3 VPD の収集効率は以下に依存する：

- 収集溶液の化学的性質
- シリコン表面への金属不純物の結合
- ウェーハ表面を転がっていく液滴の速度

5.3.1 再現性のある分析結果を得るためには，溶液濃度，走査方式およびその他手順などの結果に影響する汚染およびその他すべての要素を注意深く管理する必要がある。

5.3.2 測定する TXRF 強度は，集中およびサンプル残査に正しく調整するための手順の精度によって決まる。それはまた，残査の中およびその周辺の異なる元素の分布次第である。

5.3.3 ICP-MS を使った Fe または Ca の検出は，プラズマから出るバックグラウンドイオンの干渉を許容レベルまで最小化する何らかの制御手段を採らなければ，これらによる干渉を受けることがある。

6 安全予防措置

6.1 フッ化水素酸の取扱いは危険であり，試験機関に対する地域の規則に従って行わねばならない。作業者は危険な化学薬品や蒸気，特にフッ化水素酸および HF 蒸気を取り扱うために訓練を受けなければならない。フッ化水素酸を取り扱うとき，保護服と眼鏡を着用しなければならない。