

SEMI F75-1102 (Reapproved 0309) 半導体製造に使用される超純水の品質監視ガイド

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。

本スタンダードは、Global Liquid Chemicals Committee で技術的に承認されている。現版は 2009 年 1 月 2 日、global Audits and Reviews Subcommittee にて発行が承認された。2009 年 2 月 www.semi.org で、2009 年 3 月 CD-ROM で入手可能となる。初版は 2002 年 11 月に発行された。

1 目的

1.1 これらのガイドでは、超純水(UPW)システムから使用地点(POU)までの品質を監視し、管理する計画を実現する責任がある設備エンジニア及びその他の製造と品質管理の専門家のための推奨事項について記述する。これらのガイドを使用して、製造、蒸留、製造設備全体で使用される UPW について監視しなければならないパラメータの決定に役立てることができる。

注 1: これらの推奨ガイドは、技術情報として出版され、情報の提供のみを目的とする。

2 範囲

2.1 すべての湿式処理のステップについて半導体デバイス製造には UPW が広範囲に使用される。生産される UPW が製造プロセスによって確立される仕様に確実に適合するためには、超純水システムをテストし、監視する必要がある。分配地点(POD)において広範囲のパラメータを厳密に管理しない限り、UPW の純度はデバイスの歩留まりに影響する。半導体デバイスは、現在、より狭いライン幅で設計されつつあり(< 0.13~0.18 μm)、低レベルの不純物に対して、より敏感になっている。

2.2 UPW システムは、達成可能なレベルの所望の品質を確保し、継続的な性能を得るために監視する。一般に、処置の限界を設定して、システムの性能データによって是正処置が必要であることが確実となるタイミングを決定する。SEMI F63 の表 1 「性能のパラメータと範囲」の参考資料は、品質レベルの決定に役立てることができる。

2.3 よりクリティカルなプロセスでは、UPW がウェーハと接触する POU においても UPW の品質を監視する必要がある。この UPW の品質が、生産に使用されているツールに含まれる最終フィルタ(FF)や分配システム内の状態の影響を受けていない UPW と同じであると期待してはならない。

2.4 これらのガイドは、UPW のために作成された SEMI のガイドのシリーズに論理的に従い、UPW システムの性能を規定するスタンダード及び UPW の品質を規定するスタンダードが含まれる(参考資料の節を参照)。SEMI F61 の図 1 の「代表的な超純水システムの概要」の参考資料は、サンプリングポイントの決定に役立てることができる。

2.5 オンラインの分析装置からは得られないパラメータを得るためのサンプリングの頻度及び場所に関するガイドが提供される。サンプリングの頻度は、POD での UPW の品質のために製造元が設定した仕様、オンライン分析装置の数と場所、システムに供給される原水の安定性、UPW システムの長期的な性能履歴に基づかなければならない。

2.6 このガイドを使用して、供給される原水、UPW システムのコンポーネントの性能、POU 洗浄バスのプロセス管理判断基準を確立することもできる。

注意: このスタンダードはその使用に関連したすべての安全問題を取り扱うことを意図していない。このスタンダードの使用者は、その責任において、適切な安全および健康上の作業方法を確立し、また使用前に規制上その他の制限への適用性を判断するものである。

3 制限

3.1 これらのガイドは、この目的に関連すると判断されるその他のさまざまなソースを検討して作成された。しかし、このガイドは、業界のその他の文書やスタンダードと一致させるあるいは一貫性を持たせる意図はない。

3.2 特にこれらのガイドでは、リサイクルまたは再生される水システムの監視、テストに対処する。再生水内の有機物の定量化と識別など、さらに再生、再使用水の監視プログラムには、テストパラメータを追加しなければならない。

3.3 UPW の純度の測定は、難しい測定であることがわかる。多くのオンライン計測器(ナトリウムアナライザ、TOC アナライザ、シリカアナライザ、光学式パーティクルカウンタ、不揮発性残留物アナライザ)の検出限界は非常に低い、検出範囲内で校正できなかったり、低レベルでの精度が非常に低いことがある。オンラインアナライザは、主として傾向分析に使用すべきである。ラボ環境では、依然として多くのテストを高い精度と高い再現性で実行できるが、バッチサンプルの取得には時間がかかり、サンプリング誤差が発生する傾向がある。

4 参照スタンダードおよび文書

4.1 SEMI スタンダード

SEMI F61 — Guide for Ultrapure Water System Used in Semiconductor Processing

SEMI F63 — Guidelines for Ultrapure Water Used in Semiconductor Processing

注意: 別途指示のない場合、引用されたすべての文書は最新の出版バージョンである。

5 用語

5.1 略語と頭字語

注 2: その他の全ての略語及び頭字語は、SEMI ホームページ <http://www.semi.org/> で入手可能な、SEMI の略語及び頭字語集で定義されている。

- 5.1.1 CFU — 群体形成単位
- 5.1.2 DO — 溶存酸素
- 5.1.3 EDI — 電極イオン化
- 5.1.4 EDX — エネルギー分散型 X 線微量分析
- 5.1.5 FF — 最終フィルタ
- 5.1.6 IC — イオンクロマトグラフィー
- 5.1.7 NDIR — 非分散赤外線分析
- 5.1.8 OPC — 光学式パーティクルカウンタ
- 5.1.9 POD — 分配地点
- 5.1.10 RO — 逆浸透
- 5.1.11 TDS — 全蒸発残留物
- 5.1.12 THM — トリハロメタン

6 Units

- 6.1 100 万分の 1 (ppm) は、 $\mu\text{g/mL}$ または mg/L と等価である。
- 6.2 10 億分の 1 (ppb) は、 ng/mL または $\mu\text{g/L}$ と等価である。
- 6.3 1 兆分の 1 (ppt) は、 pg/mL または ng/L と等価である。

7 ガイドの使用方法

- 7.1 監視計画は、UPW 装置の稼働年数と複雑さ及び製造プロセスのニーズを反映しなければならない。
- 7.2 POU における UPW の品質は、1) ツール内の汚染源、2) ツールの設計、3) ツールと配管の材質と構造、4) 複数回の洗浄サイクル後にバスが受ける堆積物の汚染負荷によって悪影響を受ける。
- 7.3 記載したパラメータを非常に低い感度で測定しようとする場合には、サンプリング方法と汚染の管理が最も重要である。
- 7.4 測定されるデータの品質は、使用するテスト方法と校正の手法によって異なることがある。その結果、特に超高感度検出用に校正された特定のオンラインモニタについて、値から観察される傾向は、絶対値より意味があることがある。さらに、オンラインとオフラインの測定は、測定手法及び測定の感度レベルによって、相関がないことがある。

8 UPW の生産と分配を監視するためのテスト

注 3: SEMI のガイドは、それらをサポートするための分析的データや方法を必要としないので、特定の分析方法の推奨事項は情報提供のみを目的とする。代替の方法も適用できることもある。

注 4: 推奨されるテスト頻度とサンプリングポイントのまとめについては、この文書の最後にある表 1 を参照すること。

8.1 抵抗率 (MΩcm)

8.1.1 抵抗率(導電率の逆数)はイオン活性の一般的な尺度であり、オンラインメータによって測定される。計測器の分解能により、UPW の抵抗率は約 18.2MΩcm でなければならない。

注 5: 18.25MΩcm は、25℃における純水の理論的上限值である。

8.2 全酸化可能 (有機)炭素 (TOC) (ppb)

8.2.1 水供給元の炭素源

8.2.1.1 供給される水には、無機炭素と有機炭素の両方が含まれている。水源の地質により、溶解した二酸化炭素(CO₂)、重炭酸塩、炭酸塩が高い ppm レベルで存在していることがある。有機炭素は、生物学的入力及び油、農薬、肥料などの人工の汚染物を反映している。地下水と井戸水の有機物は、表面の水より通常は著しく低い。大部分の有機物を除去するために、ほとんどの UPW システムには逆浸透が採用され、有機物の除去には陰イオン交換樹脂及び紫外線(UV)破壊も採用されている。トリハロメタン(THM)等の揮発性の有機物は真空脱ガスで管理できる。有機物の管理は、有機物付着防止及び樹脂ベッドを高効率に維持するために重要である。さらに、有機物を低減するとバクテリアの成長に利用される栄養物を制限することになるので、バイオフィルムの発生も制限できる。FF のところで TOC の値が上昇すると、システムコンポーネントの劣化や汚れ、定期的なメンテナンスによる汚染、工場から戻ってきた汚染を示している可能性がある。季節的な理由や気象条件が厳しいという理由で供給水が変化しても、TOC の指示値が増加することがある。

8.2.2 原水の TOC 測定方法

8.2.2.1 TOC の測定には様々な方法があり、いくつかの TOC アナライザを入手できる。TOC の測定は、一般的に、温度、UV 照射、薬品によって有機物を酸化させることによる。そして、これらの反応によって生成した CO₂ を非分散赤外線分析(NDIR)または導電率(抵抗率)の差によって測定できる。使用する正確な方法は、採用する TOC 計測器によって異なり、異なる方法によって様々な有機物は回収率が異なるので、方法も TOC の指示値に影響する。計測器によっては空気や窒素などのキャリアガスも必要なものがあり、TOC を直接測定するものもある。

8.2.3 UPW システム内の TOC の監視

8.2.3.1 TOC は、炭素、逆浸透、脱ガス、イオン交換も含め UPW システムのコンポーネントの有機物除去の有効性を測定する有用なテストである。推奨される測定点は、水道水供給点、RO メンブレンの前後、最終フィルタであり、原水と UPW コンポーネントから発生する有機物に起こり得る変化を反映する最低限の頻度で測定する。RO を通過すると、TOC は原水の低い ppm レベルから中程度の ppb の範囲に低下し、混合樹脂ベッドと UV TOC 低減ユニットを通過すると ppb で 1 桁のレベルに低下する。

8.2.4 POU における TOC の監視

8.2.4.1 TOC を、使用する地点で測定して、分配システム及び製造ツールによる品質の変化を決定できる。短波長の UV(185 nm)は、残留有機物を帯電した有機物分子に分解できる。UPW システム内の使用地点まで生き残る TOC は、通常は「低分子量の」分子または酢酸や蟻酸など、大きな分子の断片である。TOC が低いということは UPW システムが効果的に動作して原水の有機物負荷を取り除いているということであるが、本テストは UPW システムの滅菌機能の正確な尺度ではない。さらに、POU における TOC レベルは、薬品バスとクリーンルームの空気の汚染物からのキャリーオーバーを反映していることもあり得る。

8.3 溶存酸素 (ppb)

8.3.1 必要な場合は、溶存酸素(DO)含有量を管理できる。水素不動態化シリコンウェーハの表面を DO が高い値の UPW で洗浄すると、酸素を含んだ UPW によりシリコンがエッチングされ、ゲート酸化物の厚さを制御できなくなる。

8.4 粒子状の物質 (パーティクル数/L)

8.4.1 超純水供給におけるパーティクル源

8.4.1.1 集積回路デバイスの製造のエッチングステップでウェーハ表面に付着する粒子は、薄膜及びフォトリソグラフィ工程の正しい適用を阻害し、結果的に起こる物理的な不完全性によって、ディスクリートなトランジスタや集積されたトランジスタは最終的に不良品となる。粒子は供給される水道水に起因する、あるいは UPW システムのコンポーネントの劣化や運転操作によって生成することもある。供給される原水には、高レベルの粒子が含まれていて、まずミクロン範囲の大きな物理的な濁りを取り除くために、プレフィルタでフィルタリングし、複合媒体を通過させる。

8.4.1.2 逆浸透の後には、RO メンブレンも粒子を拒絶するので、原水内の粒子は大きく減少する。RO に対する粒子の負荷を低減し、メンブレンの汚れによって RO を早期にクリーニングしたり交換頻度が上がらないようにすることが重要である。RO の出口からシステム内については、UPW の粒子の負荷は、システムのコンポーネントからの粒子である。粒子源は、RO メンブレンモジュール、配管コンポーネント、バルブやその他の類似の制御デバイス、タンクのライニング、樹脂の微粒子、その他の粒子源である可能性があり、そこでは材料が損耗、劣化しつつあり、粒子が発生している。

8.4.1.3 イオン交換樹脂ベッドを通過すると、0.2~1.0 ミクロンの範囲のますます小さな寸法のフィルタが使用され、残留した粒子や樹脂微粒子を取り除く。超高純度のほとんどの用途では、分子量が 10,000 の超フィルタリングが使用される。ほとんどの UPW システムでは、最終フィルタのところでもかなりの量のサブミクロン粒子が存在すれば、UPW システムの上流のコンポーネントがブレイクダウンした可能性を示している。さらに、ツールの POU フィルタをメンテナンスしていなければ汚染源になり得る。

8.4.2 光学式パーティクルカウンタ(OPC)

8.4.2.1 傾向分析及び仕様に準拠させるためには、レーザによる光学式のパーティクルカウント技術を使用する方法が推奨される。これらの計測器は、テストするシステムコンポーネントにより、0.03 から>0.5 ミクロンまでの範囲の粒子を監視できる。OPC による粒子のカウントには、誤ったカウントをしないために良好なサンプルポート接続部が必要である。特に監視する粒子が ≤ 0.05 ミクロンのサイズである場合は、毎年、校正、配管やフィッティングの交換も含めカウンタを良好にメンテナンスすることが重要である。良好な統計プロセス制御(SPC)によって傾向分析をおこなうには、サンプル間隔あたりの粒子数は、良好な統計量を得るのに十分な数にしなければならない(例えば、サンプル間隔あたり> 20 パーティクル)。例えば、10%の変動(標準偏差/平均)の係数を得るには、管理値より少なくとも 100 パーティクル多い数をカウントする必要がある。

8.4.3 粒子とバクテリアの走査型電子顕微鏡(SEM)による分析及び直接カウント分析

8.4.3.1 SEMを使用して、UPW システム内の粒子とバクテリアを分析する。SEM による方法の 3 つの主要な側面は、粒子の計数、バクテリアの計数、捕捉した粒子の化学成分の決定である。UPW 内の粒子のレベルによって、典型的には最終フィルタのところでは、多量の UPW がフィルタリングされる。サンプリング動作によって発生する粒子及び使用前の新しいフィルタで通常見つかるすでに存在していた粒子のために、統計的に有効な結果が得られるまでに 1000 リットル以上の量が必要になることがある。ラボでは、フィルタをフィルタホルダーから取り外し、SEM