

SEMI P32-1104

フォトレジスト中のトレースメタル定量のための試験方法

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）。

本試験方法は、Global Micropatterning Committee で技術的に承認されたもので、Japanese Micropatterning Committee が直接責任を負うものである。現版は 2004 年 7 月 23 日 Japanese Regional Standards Committee にて承認されている。2004 年 8 月にまず www.semi.org で入手可能になり、2004 年 11 月発行に至る。初版は 1998 年 9 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 このドキュメントは、トレースメタル濃度に関しての定量的な分析方法の概略（outline）を記述する。このスタンダードはユーザとサプライヤとの間のコミュニケーションを促進される事を意図している。

2 範囲

2.1 このドキュメントは原子吸光分光法、プラズマイオン源質量分光法そして誘導結合プラズマ原子発光分光法のような機器分析によって、フォトレジスト中のトレースメタル濃度を ppb レベルで測定する事に対して適用する。

2.2 この測定での対象金属は、Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, K そして Na である。

2.3 金属を追加したり減じる事は、ユーザとサプライヤ間の合意により、そして測定リストに加える。

2.4 以下に述べる方法は、対象のトレースメタルのそれぞれに対して指定した値において、トレースメタルの不純物量を決定するのに満足すべき結果を与える。代替の方法あるいは条件は、仕様値の半分の濃度既知サンプルで、75%~125%の（分析での）回収率を適切な研究で証明する限り使う事ができる。その結果は、仕様の範囲内（ある値以下）として、あるいは単に仕様内でないとして報告されるべきである（SEMI C1）。

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実施すべき事柄を確立し、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。

3 参照スタンダード

3.1 SEMI スタンダード

SEMI C1 — Guide for the Analysis of Liquid Chemicals

3.2 ASTM Standard

ASTM D1193 — Standard Specification for Reagent Water

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。

4 方法の要約

4.1 フォトレジスト試験溶液は、乾式灰化法あるいは直接法によって調製される。試験溶液中のトレースメタルは原子吸光分光法、プラズマイオン源質量分析法あるいは、誘導結合プラズマ原子発光分光法によって測定される。トレースメタル濃度は標準溶液を測定する事によって得られる検量線を使って決定される。

5 用語

5.1 定義

5.1.1 ブランクテスト (blank test) – 標準の (分析) 手順で行われる、対象のフォトレジスト無しの測定。

5.1.2 希釈度 (dilution factor) – フォトレジストプロセスの調整過程における最初の溶液の量で、最終の溶液の量を割ったものを示す数値。

5.1.3 直接法 (direct method) – フォトレジスト中のトレースメタルを直接測定するサンプルの調整方法。材料 (フォトレジスト) は溶剤で希釈され、そして、適切な分析機器で分析される。

5.1.4 乾式灰化法 (dry ashing method) – フォトレジスト中のトレースメタルの測定に使われるサンプル調整方法。フォトレジストは (溶剤を) 蒸発させ、更に加熱により灰化まで分解される。灰分は水と水溶性試薬でメスフラスコに溶解される。そして適切な分析機器によって分析される。

5.1.5 プラズマイオン源質量分析法 (plasma ion source mass spectrometry) – プラズマを励起源として使用している質量分析器によって金属元素を分離し、定量的な測定をする方法。誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) とマイクロ波質量分析法 (MIP-MS) はこの範疇に属する。

5.1.6 検量線 (working curve) – 標準溶液によって調整された既知の金属濃度と機器分析の測定値間の関係。

6 装置

6.1 測定装置

6.1.1 フレーム型原子吸光分光光度計 (F-AAS) と ICP-MS は乾式灰化法に適用される。

6.1.2 黒鉛炉原子吸光分光光度計 (GF-AAS), 電気加熱原子化原子吸光分光光度計 (ETA-AAS), ICP-MS, MIP-MS と誘導結合プラズマ原子発光分光光度計 (ICP-AES) は直接法に適用される。

6.1.3 装置の条件 – 推奨する装置の条件はそれぞれの対象金属について表 1 にまとめてある。

表 1 測定装置と金属元素

元素	原子吸光分光法	プラズマイオン源質量分析法		ICP-原子発光分光光度計
		ICP-MS (注 1)	MIP-MS (注 2)	
Al	309.2 nm	²⁷ Al	²⁷ Al	396.2 nm
Ca	422.7 nm	⁴⁰ Ca ⁴⁴ Ca (注 3)	⁴⁰ Ca	393.4 nm
Cr	357.9 nm 359.4 nm	⁵² Cr ⁵³ Cr (注 3)	⁵² Cr	267.7 nm 283.6 nm
Cu	324.7 nm	⁶³ Cu ⁶⁵ Cu	⁶³ Cu ⁶⁵ Cu	324.8 nm
Fe	248.3 nm	⁵⁶ Fe ⁵⁴ Fe (注 3)	⁵⁶ Fe ⁵⁴ Fe	259.9 nm
Mg	285.2 nm	²⁴ Mg ²⁵ Mg ²⁶ Mg	²⁴ Mg ²⁵ Mg ²⁶ Mg	279.6 nm
Mn	279.5 nm	⁵⁵ Mn (注 3)	⁵⁵ Mn	257.6 nm

元素	原子吸光分光法	プラズマイオン源質量分析法		ICP-原子発光分光光度計
		ICP-MS (注 1)	MIP-MS (注 2)	
Ni	232.0 nm 341.4 nm	$^{58}\text{Ni}^{60}\text{Ni}$ (注 3)	$^{58}\text{Ni}^{60}\text{Ni}$	221.6 nm 231.6 nm
K	766.5 nm	$^{39}\text{K}^{41}\text{K}$ (注 3)	$^{39}\text{K}^{41}\text{K}$	766.5 nm
Na	589.0 nm	^{23}Na	^{23}Na	589.0 nm

注 1: ICP-MS-Ar はプラズマ発生ガスとして使用する。

注 2: MIP-MS-N₂ はプラズマ発生ガスとして使用する。

注 3: 干渉イオンに注意 (表 2 参照)。

表 2 干渉イオン

対象金属	干渉イオン
^{39}K	$^{38}\text{Ar}^1\text{H}$
^{41}K	$^{40}\text{Ar}^1\text{H}$
^{40}Ca	^{40}Ar
^{52}Cr	$^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}$ $^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}$ $^{38}\text{Ar}^{14}\text{N}$
^{55}Mn	$^{40}\text{Ar}^{14}\text{C}^1\text{H}$ $^{40}\text{Ar}^{15}\text{N}$ $^{38}\text{Ar}^{16}\text{O}^1\text{H}$
^{56}Fe	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$ $^{38}\text{Ar}^{18}\text{O}$
^{58}Ni	$^{40}\text{Ar}^{18}\text{O}$

7 容器, 試薬, 環境

7.1 容器

7.1.1 石英性ガラスメスフラスコ

7.1.2 石英性ガラスメスピペット

7.1.3 石英性ガラスビーカー

7.1.4 PTFE 容器

7.1.5 白金るつぽ

7.2 試薬

7.2.1 DI 水 - 抵抗値 $\geq 18.0 \text{ M}\Omega\text{cm}$ 25°C において, ASTM D1193 による。

7.2.2 有機試薬 - トレースメタル分析用の, 市販の保証値付試薬を使用する。

7.2.3 無機試薬 - トレースメタル分析用の, 市販の保証値付試薬を使用する。

7.2.4 標準溶液 - 保証されたトレースメタル濃度を含有する市販の保障値付試薬を使用する。

7.3 環境

7.3.1 測定は定温のクリーンルームあるいはクリーンゾーン内で行われることが推奨される。温度の安定性は $\pm 2^\circ\text{C}$ 以内であるべきである。乾式灰化法は, もし可能なら, HEPA フィルター付のドラフトチャンバー内で行われるべきである。

7.3.2 定容分析では, 測定環境はメスフラスコやメスピペットのような測定機具の標準温度に合わせる。