

## シリコンウェハ用固体サンプラの開発

近年、電子回路の高集積化に伴いシリコンウェハなどの電子工業材料の高純度化が求められている。ウェハ表面に存在する金属不純物は、デバイス製造において悪影響を与えることがよく知られている。ところが、ウェハ表面に存在する有機物も同様に悪影響を与える可能性が大であるとされながらも、手軽に有機物の組成分析を行う適当な手段がなく、その分析が行われていないのが現状である。

この度、シリコンウェハ中の有機物を容易に吸着管に補集できる固体サンプラ SW-8 “型”を開発いたしました。有機物を捕集した吸着管を、パージアンドトラップ方式のヘッドスペースサンプラ(JHS 100/100A 型) GC/MS に移して、有機物の組成分析を行うことができます。

この一連の分析技術は、当社の特許及び特許申請中の技術によるものです。

### 試料

試料：市販の 8”シリコンウェハをヘリウム気流中で 500 でベーキングしたものを使用

### 分析方法

一連の分析手順を図 1 に示す。

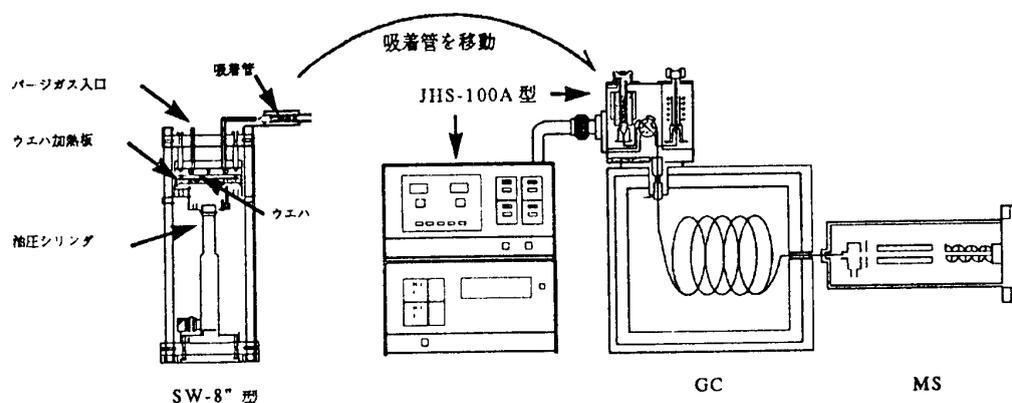


図 1 シリコンウェハ中の有機物分析装置のフローダイアグラム

8”または 5.25”のウェハを油圧シリンダで持ち上げ、上図のようにウェハ加熱板に押しつけ、ウェハの片面より発生する揮発性ガスをパージガスによって吸着管まで導きそこでガスを冷却捕集します。

ガス捕集した吸着管をヘッドスペースサンプラ JHS-100/100A-GC/MS に移動させてガスの組成分析を行います。

## 分析条件

ウェハ加熱温度: 400  
捕集条件: 石英製吸着管(内容積 10ml に 2.5g の吸着剤 TenaxTA を充填したもの)にパージガス流量 150ml/min で 30 分間揮発性物質を室温で捕集  
JHS-100A: キュリーポイントヘッドスペースサンプラ JHS-100A  
一次脱着温度:250 ,15 分間 二次吸着管(石英ウール)温度: 50  
二次脱着管温度:255 25 秒間  
GC/MS: 島津 QP-5000,EI.70eV カラム:DB-1,0.25mmx30m,0.2 μ  
スプリットレス導入 カラム温度:40(3)-300 , 10 /min

## SW-8”のバックグラウンド及び測定感度

市販の 8”-ウェハを 500 で 2 時間空炊きしたものを SW-8”にセットして、バックグラウンドを測定する目的で、400 で 30 分間パージを行い揮発した化合物の測定を行った。そのクロマトグラムを図 2 に示す。保持時間 4.5 分までに出ているピークは、スプリットレス導入によるベースラインの変動である。MS のイオン電流値を 2,000,000 に設定して測定したにもかかわらず、保持時間 4.5 分以後ではピークは検出されなかった。

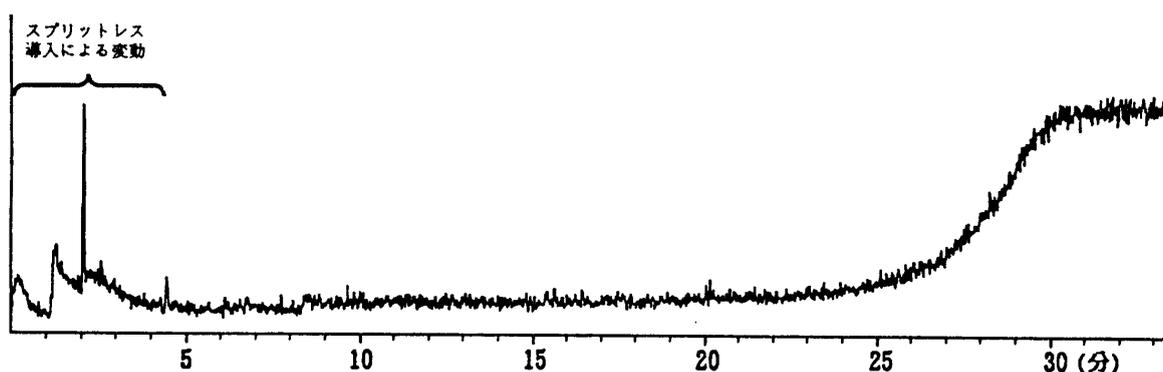


図2 SW-8”の400℃におけるバックグラウンド

図 3 は、ベーキング済みのウェハにジメチルフタレート(DMP), C21~C25 の n パラフィン各 10 ng をクロロホルム溶液にして滴下し、クロロホルムを揮発させた後、そのウェハを 400 で 30 分間パージを行い得られたクロマトグラムである。なお、このクロマトグラムは、MS のイオン電流値を 3,777,000 に設定し、スプリット比を 1/5 にして測定を行った。

カラム条件は、100 - 300 , 100 /min である。

n-パラフィン、400 の高温下でも分解されることがなく検出されているが、DMP は一部份分解し無水フタル酸になることが判明した。

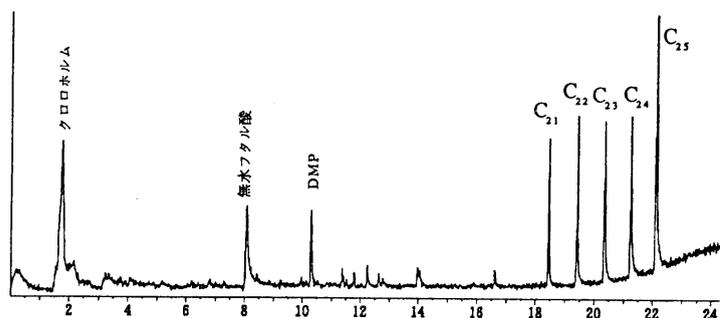


図3 標準試料各 10 ng のクロマトグラム

シリコンウェハは表面が活性なため、ウェハに存在する有機物の組成分析を行うには、その有機物の物性に通じた温度で加熱抽出を行うことが重要である。

用いた標準試料の中で検出感度の最も高い n-ペンタコサンで検出可能な量を算出すると、20pg の試料量でも検出できることが分かった。