

ウェハ用キャリアボックスのアウトガス分析

半導体製造プロセスで、クリーンルーム雰囲気中に含まれるガス状有機物によるウェハの表面汚染の問題が重要視されている。雰囲気中に暴露されたウェハ上に数～数 10ng/cm²の有機物が吸着し、ゲート絶縁膜破壊現象における偶発事故の原因になったり、酸化膜耐圧が劣化することが報告されている。

そこで、ウェハがキャリアボックス内でも汚染されるものと考え、次の分析システム(図 1)を使ってキャリアボックスのアウトガス分析を行った。

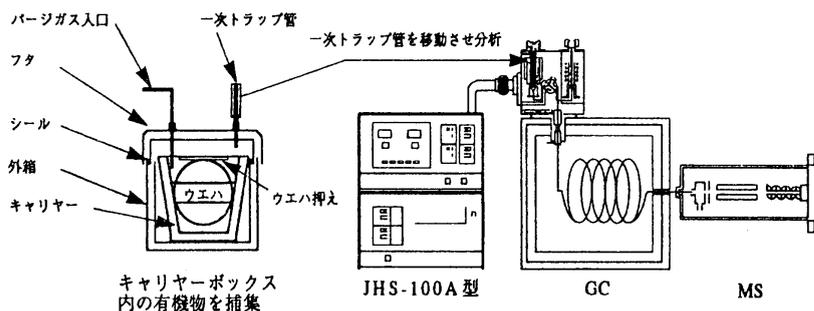


図1 キャリヤーボックス内の有機物分析システムの構成図
一次トラップ管:内径12長さ100 mmのトラップ管にTenax GRを2.5 g充填; JHS-100A: キュリーポイントバーミアンドトラップサンブラ; GC: GC-17A; MS: QP-5000

分析条件

有機物捕集: ボックス内に He を 300ml/min で供給して、60 分間有機物を一次トラップ管に捕集

JHS-100A: 一次脱着温度:230 ,10 分間 二次吸着管(石英ウール)捕集温度:-60
二次吸着管脱着温度:255 ,25 秒間

GC/MS: カラム:PTE-5, 0.25mm x 15m. 0.25 μ
スプリット比:1/10 カラム温度:40(3min)-280 .5 /min

アウトガスの捕集方法

分析に供したキャリアボックスは、8”ウェハ 25 枚を収納できるもので、キャリアを入れた状態で内容量 11 リットルであった。なお、主要部材を Py-GC 法で分析したところ、外相及びキャリア:ポリプロピレン; フタ:ポリカーボネート; ウェハ押え:PBT; シール:EPDM であった。

キャリアボックスのフタに、油を完全に除去した 4.9mm のドリルと M6 P=1 のタップを使って、図 1 の写真のようにパージガスの入口と一次トラップ管接続口を設けたものを使用し、常温下でアウトガスの捕集を行った。

キャリアボックスの内容量が大きいことから、内部に存在する空気を十分にパージ(予備パージ)してから一次トラップ管を取り付けないと、通常空気中に存在する有機物(トルエン、キシレン、ベンゼン、脂肪族炭化水素及び実験室における環境物質)のピークとキャリアボックスのアウトガスとのピークがオーバーラップしてしまうことから、パージを始めてから 1 時間以上予備パージしてから、一次トラップ管を一次トラップ管アダプタに接続することが望ましい。

分析結果

20 分間の予備パージを行った後、キャリアボックスのアウトガスを捕集して得られたクロマトグラムを図 2A に示す。予備パージが 20 分と短かったため、ピーク番号 1, 2 は、アウトガス捕集を行った実験室内の溶媒が検出されたものである。ピーク番号 4, 5 は、同様にキャリアボックス内の大気中の成分

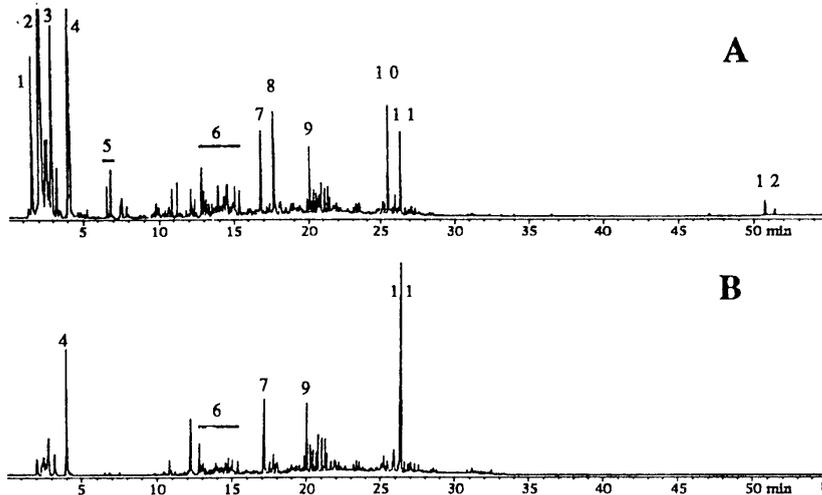


図2 キャリヤーボックスのアウトガスクロマトグラム (A) と同用シールのアウトガスクロマトグラム (B)
 1: アセトニトリル; 2: クロロホルム; 3: ヘプタン; 4: トルエン; 5: キシレン; 6: パラフィン及びオレフィン; 7: n-C₁₂; 8: エチルベンズアルデヒド; 9: n-C₁₁; 10: 2,6ジ-*t*-ブチル-4-メチレン-2,5-シクロヘキサジエン-1-オン; 11: BHT; 12: DOP

が検出されたものである。

保持時間 5 分以後に出ているピークは、キャリアボックスを構成する部材からでたアウトガスである。この間に出てきたピークともっとも類似している部材はシールであったことから、そのシール 3g を 80 で 30 分間加熱して得られたクロマトグラムを同図 B に示す。同図 B 上のピーク番号 7, 9, 11 とピーク番号 9 以降に出ている一連のパラフィンとオレフィンのピーク群は、同図 A のそれらのピークと同一である。すなわち、キャリアボックス内のアウトガスの大多数は、シールから出たものであるといえる。同図 A のクロマトグラム上の 5 分以降に出た全有機物量を、DOP の量に換算すると 240ng であった。

キャリアーは、ウェハと最も近い距離に存在し、しかも表面積の大きなものであることから、キャリアーを削り取り、その 3g を 80 で 30 分間加熱して得られたクロマトグラムを図 3 に示す。

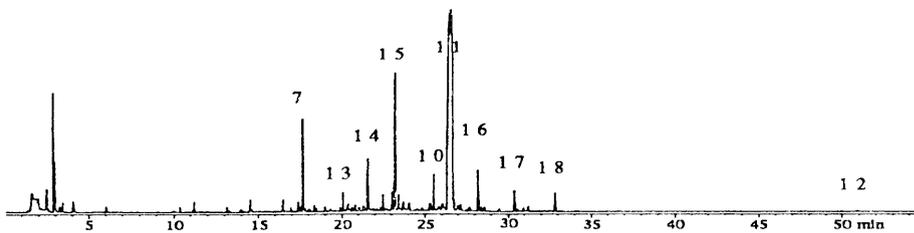


図3 キャリヤーのアウトガスクロマトグラム
 ピーク番号は図2 と同一; 13: n-C₁₁; 14: ジメチルシリコーン(n=6); 15: n-C₁₄; 16: カブロン酸ブチル; 17: シリコーン化合物; 18: ドデカン酸ブチル

ピーク番号 8(エチルベンズアルデヒド)と 10(2,6ジ-*t*-ブチル-4-メチレン-2,5-シクロヘキサジエン-1-オン)のピークは、シールからのアウトガスクロマトグラムには見られなかったものであるが、これらはキャリアーからのアウトガスであることが判明した。