

平成 30 年度 TIA 連携プログラム探索推進事業「かけはし」 調査研究報告書(公開版)

【研究題目】

最先端半導体製造装置開発のための 10nm クラス超微粒子計測技術開発と調査

【整理番号】

TK18-44

【代表機関】

産業技術総合研究所

【調査研究代表者（氏名）】

井藤 浩志

【TIA 内連携機関：連携機関代表者】

筑波大学:伊藤 雅英

【TIA 外連携機関】（ある場合には記載）

東京エレクトロン株式会社

東京エレクトロンテクノロジーソリューションズ株式会社

【報告書作成者】 井藤浩志

【報告書作成年月日】 2019 年 3 月 29 日

【連携推進（具体的な連携推進活動内容とその活動の効果等）】

本研究課題は、東京エレクトロン社から技術相談として持ち込まれた課題であり、下図の

【背景】 クリーン化 ～半導体製造の課題～

Critical particle size

【出展】 Yield enhancement, ITRS 2015 editionより編集

| Year of Production | | 2016 | 2017 | 2018 | 2019 | 2020 | Drivers |
|-------------------------------|-----------------------------|------|------|------|------|------|---------|
| Technology node range in ITRS | DRAM calculated hp (nm) | 22 | 20 | 18 | 17 | 15 | DRAM |
| | Critical particle size (nm) | 11 | 10 | 9 | 8.5 | 7.5 | DRAM |
| | 2D NAND poly hp (nm) | 14 | 14 | 14 | 14 | 12 | NAND |
| | MPU/SoC Metal hp (nm) | 28 | 25 | 23 | 20 | 18 | Logic |

半導体の微細化に伴う、10nm クラス以下の超微粒子の計測可能性について、調査研究を行った。本研究活動では、東京エレクトロン株式会社、東京エレクトロンテクノロジーソリューションズ株式会社（以下、両者を合わせて TEL と記載）、および、筑波大学と連携した課題の解決の可能性を探索した。本課題では、4 機関での技術検討会議を 3 回開催した。

第 1 回技術検討会議（Agenda、筑波大学で開催、2018 年 7 月 19 日）

全体概要（AIST でのかけはし採択について） 井藤 浩志（産業技術総合研究所）

筑波大学でのかけはし採択について 星野 鉄哉（筑波大学）

半導体製造装置開発における 10nm クラスの微粒子計測の課題

土橋 和也（東京エレクトロン株式会社）

微粒子を可視化する技術開発 井藤 浩志（産業技術総合研究所）

軟 X 線を利用した微粒子計測 星野 鉄哉（筑波大学）

粒子捕集と標準粒子分散基板作成の可能性 桜井 博（産業技術総合研究所）

総合討論

ご挨拶 青木 貞雄（筑波大学）

第2回技術検討会議（東京エレクトロン株式会社 穂坂工場で開催、2018年10月16日）

- 13:00～13:05 全体概要
13:05～13:30 東京エレクトロン 山梨事業所の紹介
藤原 馨 東京エレクトロン
13:30～14:30 東京エレクトロン 事業所見学
14:30～14:35 Web Meeting 開始（接続確認）
14:35～15:10 半導体製造装置開発における10 nmクラスの超微粒子計測の課題
藤原 馨 東京エレクトロン
15:10～15:50 超微粒子を可視化する技術開発/標準粒子分散基板の作成/粒子捕集技術
井藤 浩志 産業技術総合研究所
桜井 博 産業技術総合研究所
15:50～16:30 光学シミュレーションによる微粒子検出条件の新規検討
～軟X線を利用した微粒子計測～
星野 鉄哉 筑波大学
16:30～17:00 総合討論

第3回技術検討会議（AISTつくばで開催、2019年3月13日）

- 14:00～14:40 AISTの課題進捗状況
－ 標準粒子基板作成と大気捕集技術について －
井藤 浩志 産業技術総合研究所
桜井 博 産業技術総合研究所
14:40～15:20 筑波大の課題進捗状況
－ 軟X線を利用した微粒子計測 －
星野 鉄哉 筑波大学
15:20～15:30 休憩
15:30～16:00 東京エレクトロンの課題進捗状況
藤原 馨 東京エレクトロン株式会社
16:00～ 総合討論

上記3回の検討会議で、筑波大学は可視から軟X線領域での光計測の可能性のシミュレーション結果を報告し、産業技術総合研究所からは、スキャタロメトリーを利用した粒子汚染検出機器用の標準粒子基板の作成、および、スキャタロメトリー法（光散乱）やレビューSEM（走査型電子顕微鏡）で利用可能なSi基板への気相粒子（大気中の汚染粒子）捕集方法に関する報告を行った。この結果、5月（～6月の間）に再度、各機関の結果を報告し、今後のTEL社との連携について検討する運びとなった。

共通課題解決のための標準粒子付き基板配布

AISTで作成した標準粒子付基板を各機関に配布した。

- ① 100nm PSL
- ② 30nm PSL
- ③ 30nm シリカ
- ④ 30nm Au
- ⑤ 10nm Au（本年度5月以降の連携が継続すれば、配布を予定）

【調査研究内容（実験等中心に背景・課題と実行された課題解決の内容と結果）】

本課題では、TEL社は、技術課題の提供の役割を担い、調査研究は産業技術総合研究所と筑波大学が中心に行った。

1. 気相捕集技術（産総研）

クリーンルームの大気に含まれる超微粒子を計測するのは非常に困難な課題である。本調査研究では、オフライン計測法（基板に気相中のエアロゾルを捕集してから顕微鏡法で測

定)を中心に調査研究を行った。オフライン計測法は、半導体製造装置の開発においては、十分に目的を果たすことができる。検討した方法は、①静電捕集法、②ナノフィルター法、③直接捕集法の3つを検討した。

① 静電捕集法

産総研が所有する標準粒子分散で利用している静電捕集技術（現状は図1に示す10cmクラスの寸法の機器）を利用するとほぼ100%粒子を捕集可能であるが、100%捕集する条件では、クラス100のクリーンルーム大気1m³を捕集するために年単位の時間が必要になり、大型化しても、実用的な時間で完了できないことがわかった。

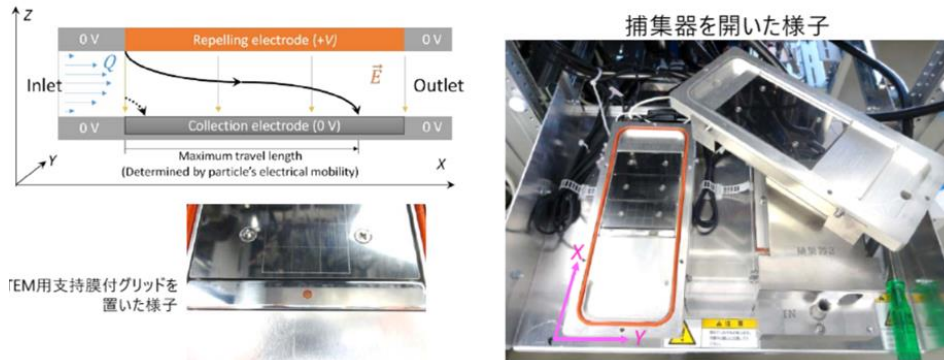


図1 静電捕集装置の概要

② ナノフィルター法

フィルム状のフィルターで、100nmクラスの細孔をもつフィルターの利用を検討したが、この方法では、100nm以下のフィルターの準備が困難であり、10nm以下の粒子の捕集が難しく、かつ、透過率が小さいため、現実的な時間で捕集できないことがわかった。ただし、100nmの穴のフィルター（図2）を利用すると、穴径よりは小さな粒子まで捕集可能なため、将来、高密度の穴径の小さいものを作成して問題解決できる可能性はある。

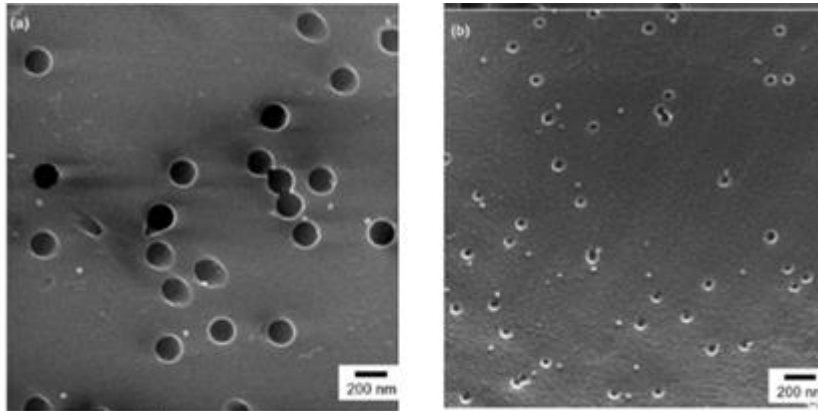


図2 既存のナノフィルターの例

③ 直接捕集法

シリコン基板に、大気を直接捕集する方法を開発した。（知財のため、内容は非公開）この方法では、ナノ粒子を効率よく捕集でき、数時間のタイムスケールで捕集できることを確認し、10nmクラスの気相中の超微粒子を捕集できる可能性を示した。実験室のドラフト内の大気約3Lをシリコン基板上に捕集した結果のFE-SEM画像（加速電圧3KeV、視野22μm×17μm）が図3である。通常大気を簡易フィルターを通したものであるため、多数の粒子が基板上に捕捉されている。（11個/1000μm²の粒子が補足されている。）今回は、試作機器のため、捕集率・捕集経路からの混入物等が不明であるが、校正することにより、気体の単位体積当たりの粒子数を算出できる、また、SEMで全数計測するため、原理的には数個の粒子も観察可能である。現時点で、本課題を解決するもっとも有効な方法と考えている。

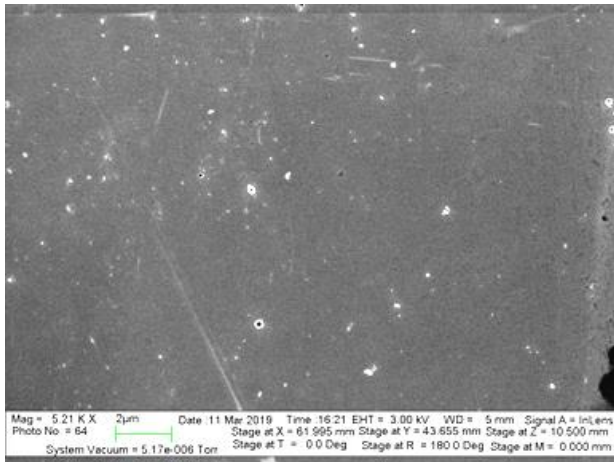


図3 捕集した気相中（大気約3L）の粒子

2. 標準粒子基板の作成（産総研）

これまでは、エレクトロスプレー法でナノ粒子を発生させていたが、本年度は、さまざまな標準粒子の分散に適する、スプレー法による分散でポリスチレン粒子（PSL）、シリカ粒子、金（Au）粒子の分散の検討を行った。粒子の寸法としては、100nm PSL、30nm PSL、30nm シリカ、30nm Au、10nm Au の実施、又は、検討を行った。100nm PSL は、スプレー法による分散システム検証用である。スプレー法による 100nm PSL では図4のような粒子分散基板が得られ、設定値 0.6 個/ μm^2 に対して、実測 0.56 個/ μm^2 の粒子分散基板が作製することができた。

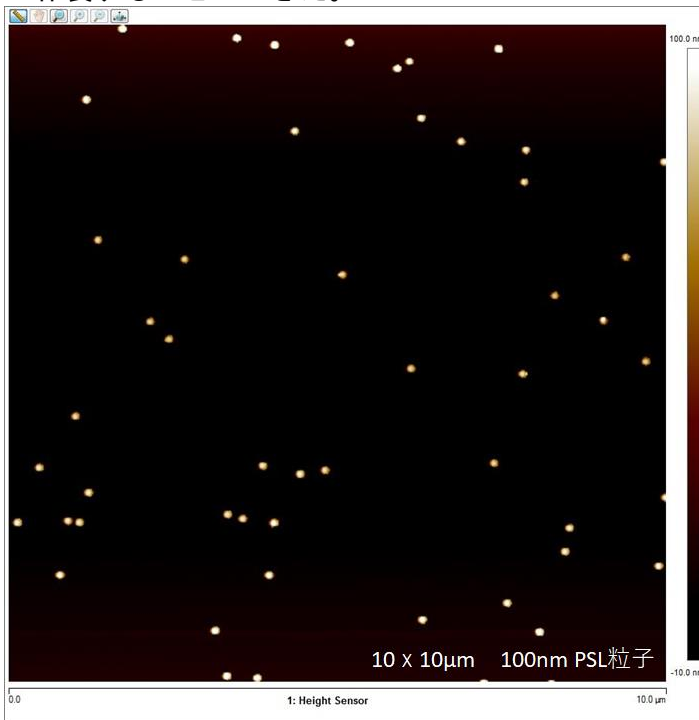


図4 100nm PSL の Si 基板上での分散例（AFM 画像）

このデータをもとに、30nm の金粒子をシリコン基板に分散したのが図5である。

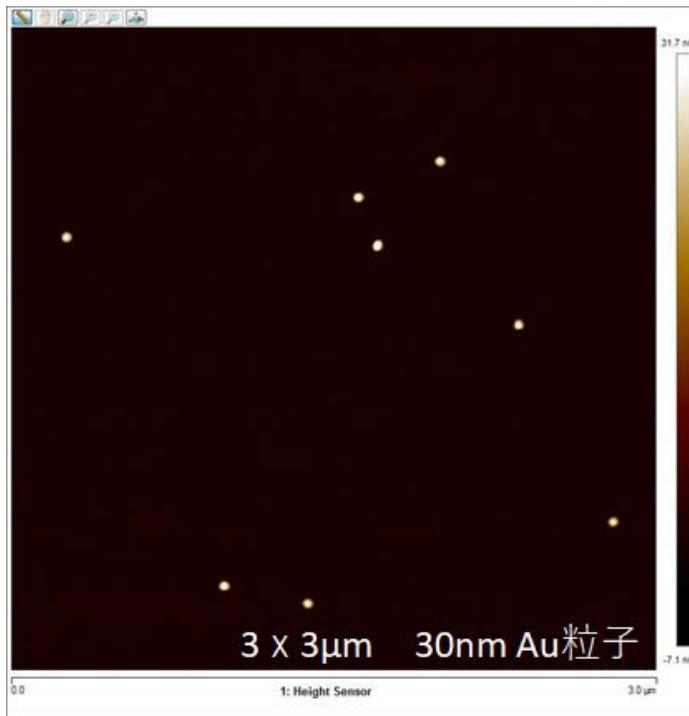


図5 30nmの金粒子の分散例（AFM画像）

設定値 $0.43 \text{ 個}/\mu\text{m}^2$ に対して、 $0.42 \text{ 個}/\mu\text{m}^2$ の粒子密度が得られた。この結果をもとに、10nm、または、15nm の金粒子の検討を行った結果、15nm、および、10nm の金粒子分散溶液として、十分に濃度の高い分散溶液が入手可能であり、10nm クラスの基板への分散が可能であることがわかった。（H31年度の初頭に実施予定である。）作成した粒子分散基板は、参加機関（AIST内、筑波大、東京エレクトロン社、東京エレクトロンテクノロジーソリューションズ社）への配布が完了し、H31年度に報告会を開催する予定である。現状の粒子分散基板の作成の可能性は、表1の通りである。

表1 各種材料の微粒子付基板作成の可能性

| | 作製完了 | 作製可能性 | 将来の検討課題 |
|-----|------|-------|---------|
| PSL | 30nm | ? | 分散溶液が必要 |
| シリカ | 30nm | 20nm | 分散溶液が必要 |
| 金 | 30nm | 10nm | 5nm まで？ |

PSL、シリカについては、20nm以下の十分濃度の高い粒子分散溶液が手に入らない問題があり、問題が解決していない。金については、5nmまでの十分濃度の高い粒子分散溶液（ $5 \times 10^{13} \text{ 個}/\text{mL}$ ）が入手可能であり、粒子分散基板の作成が可能である。

3. 光計測シミュレーションと軟X線の利用検討（筑波大）

シリコン基板上汚染物質計測には短い波長による光計測が使われる。今回作成した標準粒子の場合に、粒径が小さいため、基板のラフネスの影響が非常に重要である。基板からのラフネス散乱と粒子からの散乱光の比が検出下限を決定づける。基板のラフネスモデルを複数

作成し、粒径と散乱強度の関係をシミュレーションした。この結果については、H31年度にTEL社での測定結果と比較する予定である。さらに、軟X線を利用して微粒子を検出する実験を行うために、ゾンプレートを試作して、図6の光学系を試作した。

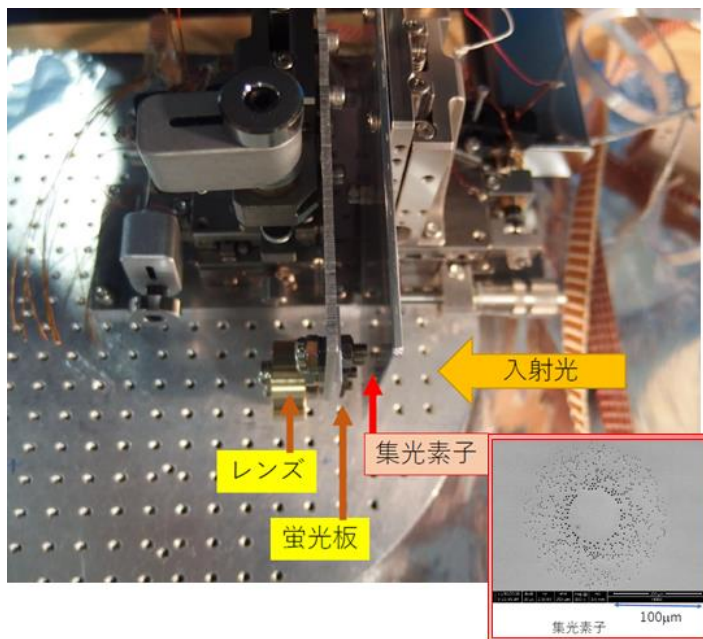


図6 作成した集光素子とそれを利用した軟X線光学系

この結果、図7に示すように、集光が確認できた。

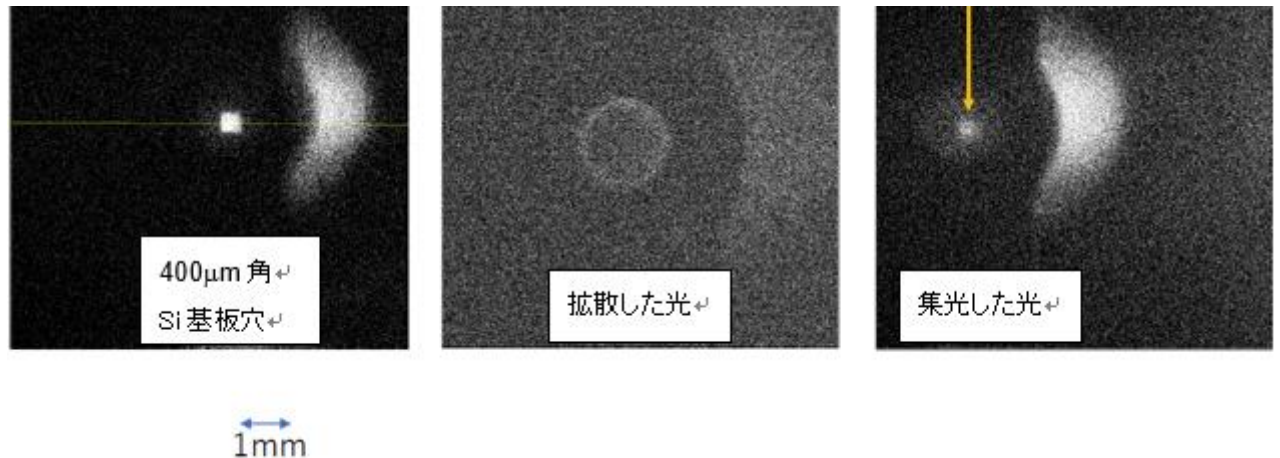


図7 粒子計測に利用するために用意したX線光学系による集光結果

X線光学系では、透過の測定が最も簡便なため、シリコンナイトライド薄膜上に分散した標準粒子の用意を行った。今後、軟X線の集光光学系を改良し、低密度の標準ナノ粒子の検出可能性について、放射光を利用して検証する予定である

【今後の活動予定】

本年度の調査研究（初年度）では、気相中のナノ粒子を捕集して計測する方法、および、標準試料作製について、実現可能性を示し、一部について実証を行った。今後（5月）に再度、TEL社を含めた、会合を行う予定である。TEL社は、次年度のかけはし課題には参加しないが、少なくとも次回の会合までは連携を継続し、標準試料に関するTEL社での測定結果について、討論する予定である。半導体製造装置に関する、粒子汚染に関する解決可能な課題2件、

- ① TEL社が保有する半導体基板の汚染計測装置での問題点
 1. 光学検査装置の検出限界が不明瞭

2. 光学検査装置の校正に必要な各種素材の標準粒子が必要

② クリーンルームや半導体製造機器内の汚染物質を検出したい

については、継続的に解決法ブラッシュアップを行う。①-1は筑波大学が精密で高速なシミュレーションを行うことで、定量的な解析が可能になる。①-2については、産業技術総合研究所で、粒子分散基板を10nmクラスまでは作成できることを示し、TEL社との連携が継続する場合、10nmクラス、および、それ以下の標準粒子基板の作成検討を行う。（本年度は、限られた材料と条件のみで試験的に製作を行った。）②は、解決が非常に困難な課題であるが、オフラインであれば、Si基板上に気相粒子を捕集できる可能性があることを示し、今後、測定限界や定量性について、研究開発を継続予定である。

以上