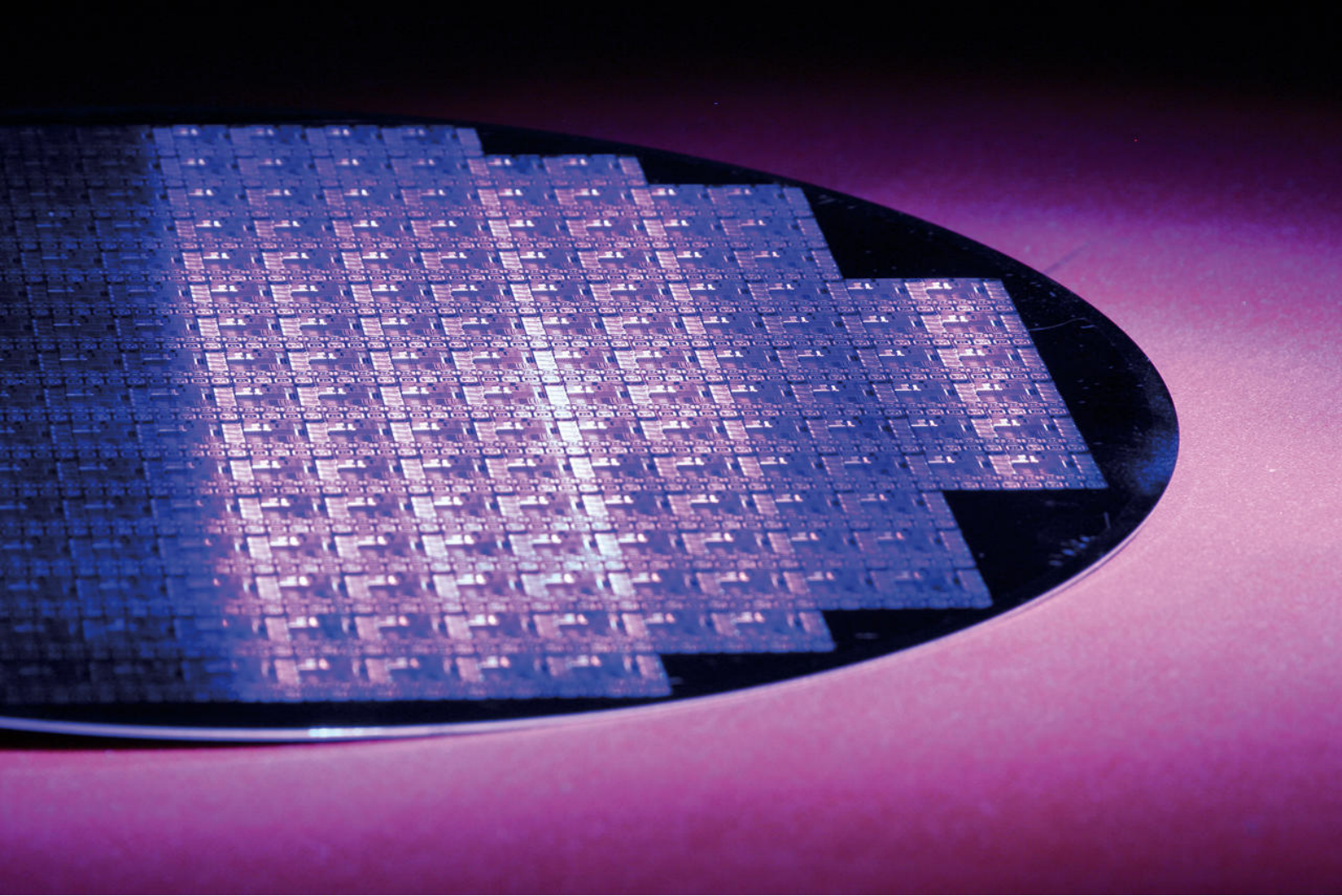




Application Note AN-PAN-1055

# Überwachung von Qualitätsparametern in Reinigungsbädern der Waferherstellung

Parallele Analyse von Ammoniumhydroxid, Wasserstoffperoxid  
und Salzsäure mit Inline-Nahinfrarotspektroskopie (NIRS)

## ZUSAMMENFASSUNG

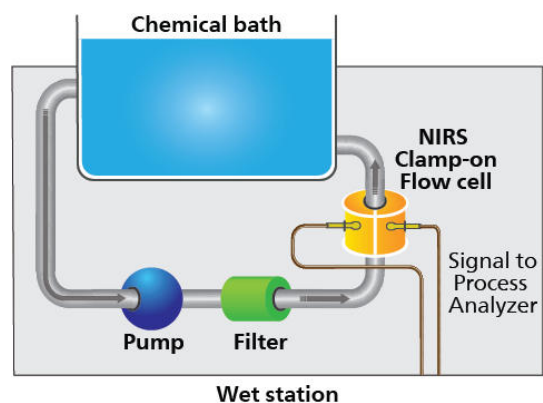
Siliziumbasierte Halbleiterkomponenten werden auf hochglanzpolierten Wafern hergestellt. Kratzer und andere Fehler auf atomarer Ebene auf dem Wafer können die Qualität und Funktionalität des Endprodukts beeinträchtigen. Daher ist die Oberflächenvorbereitung ein wichtiger Schritt, um saubere, polierte und unbeschädigte Siliziumoberflächen zu erhalten. Die chemische Reinigung ist eine bewährte Methode, um Verunreinigungen von der Waferoberfläche zu entfernen. Ein gebräuchliches Verfahren, die "RCA clean"-Reinigung, reinigt Wafer mit zwei aufeinanderfolgenden Standardlösungen. Das „Standard Clean 1“, oder auch SC1 bzw. „APM“ – Bad

(Ammoniak-Peroxid-Gemisch) genannte Standardreinigungsbad besteht aus  $\text{NH}_4\text{OH}$  ( $\text{NH}_3$ , welches in Wasser  $\text{NH}_4\text{OH}$  bildet) und  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Das Standardreinigungsbad 2 "SC2" wird aus Salzsäure ( $\text{HCl}$ ) und Wasserstoffperoxid ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) hergestellt. Die Schlüsselfaktoren für eine effiziente Waferreinigung sind die Badverweilzeit der Wafer und die optimale chemische Konzentration in den Reinigungsbädern. Der Einsatz der Nahinfrarotspektroskopie zur Inline-Überwachung der SC1/SC2-Badbestandteile gewährleistet einen höheren Waferdurchsatz durch weniger Stillstandzeiten und eine höhere Prozesssicherheit durch kontinuierliche und genaue Kenntnisse über die Badzusammensetzung.

## EINFÜHRUNG

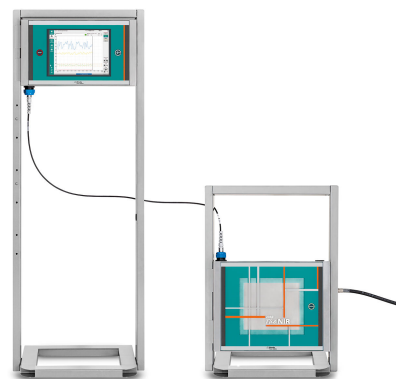
Eine effiziente Reinigung von Siliziumwafern erfordert eine optimale und Prozesssteuerung und Echtzeitmessung, um die Produktsicherheit (optimale Verweilzeit und Reinigungsleistung) zu erhöhen und den Produktdurchsatz zu maximieren mit der Sicherstellung, dass keine Defekte oder Rückstände auf der Waferoberfläche verbleiben. Das SC1-Bad entfernt Partikel, Filme und organische Rückstände vom Wafer und bildet eine dünne Oxidschicht auf der Oberfläche. Es können jedoch auch Hydroxide mancher Übergangsmetallen auf der Waferoberfläche zurückbleiben. In diesem Fall ist das SC2-Bad als weitere Reinigungssequenz (z. B. auch nach der chemischen mechanischen Planarisierung, „CMP“) unerlässlich. SC2-Bäder sind säurehaltig und tragen dazu bei, Alkali- und Übergangsmetalle von der Oberfläche zu entfernen. Dieser Reinigungsprozess hinterlässt eine dünne Passivierungsschicht auf der Oberfläche des Wafers, um zukünftige Verunreinigungen zu vermeiden.

Je kleiner das Halbleiterbauelement ist, desto schwieriger ist es, Partikel von der Oberfläche des Siliziumwafers zu entfernen. Daher führen Halbleiterhersteller alle Ätz- und Reinigungsschritte, sowie die komplette Fertigung der Wafer in einer Nassbank in einem Reinraum durch. Meistens herrscht in diesen Umgebungen ein Platzmangel und bildet eine Herausforderung für die Installation eines Analysensystems. Darüber hinaus sollte jegliche Handhabung von Chemikalien innerhalb des Reinraums vermieden werden, um die Sicherheit des Personals und der Produktion zu gewährleisten. Eine sicherere, effizientere und schnellere Methode zur **gleichzeitigen Überwachung mehrerer Parameter in Standardreinigungsbädern** ist die Inline-Analyse mit reagenzienfreier Nahinfrarotspektroskopie (NIRS), wie in **Abbildung 1** dargestellt.



**Abbildung 1.** Schema einer speziell für die Halbleiterindustrie entwickelte und in die Umwälzleitung integrierte, berührungslose Clamp-on-Durchflusszelle, verbunden mit dem 2060 The NIR-R Analyzer.

Der 2060 *The NIR-R Analyzer* von Metrohm Process Analytics (**Abbildung 2**) ermöglicht die „Echtzeit“-Bestimmung der qualitätsrelevanten Parameter entlang der gesamten Nassbank. Die Remote-Version des Analyzer ermöglicht die platzsparende Aufstellung des Systems, optimal für die Reinraumbedingungen.



**Abbildung 2.** 2060 The NIR-R-Analyzer mit Glasfaserkabel und Sonde.

## ANWENDUNG

Verwendeter Wellenlängenbereich: 800-1300 nm.  
Referenzmethode: Ionenchromatographie bzw. Titration.

Wenn der Platz im Reinraum begrenzt ist, kann das Spektrometer-Kabinett des **2060 The NIR-R Analyzer** außerhalb des Reinraums in einer passenden Umgebung montiert werden. Bis zu fünf Messstellen sind mit einem NIR-Kabinett möglich mit der Erweiterungsmöglichkeit um ein weiteres Spektrometer-Kabinett, welches parallele Analysen zulässt. Der Abstand zwischen dem Prozessanalysator und den Messpunkten kann Hunderte von Metern betragen und erfolgt durch Verwendung von

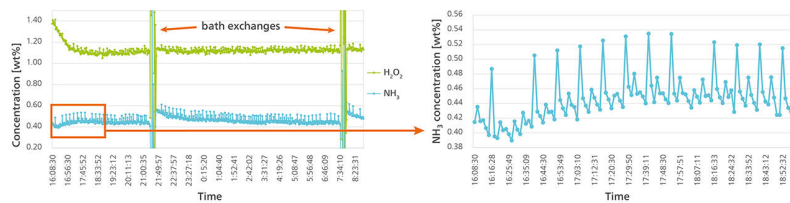
glasfaserbasierten Lichtleitern.

Alle Prozessbäder verfügen über einen Zirkulationskreislauf, in dem die Medien in PFA-Schläuchen geführt werden. Die Durchflusszelle, die von Metrohm Process Analytics speziell für die Halbleiterindustrie und deren Anforderungen entwickelt wurde, kann zur einfachen Installation auf diese Rohre geklemmt werden, so dass keine Änderungen an der bestehenden Einrichtung erforderlich sind (**Abbildung 1**). Die Messung erfolgt komplett berührungslos, sodass keinerlei Kontaminationsrisiko des Prozessbads besteht.

## ERGEBNISSE

Abbildung 3 zeigt ein Trenddiagramm, das mittels NIRS für ein Standard Clean 1 (SC1) Bad mit Ammoniak ( $\text{NH}_3$ ) und Wasserstoffperoxid ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) erstellt wurde. Badwechsel werden auf der Grundlage vordefinierter Konzentrations- oder Zeitgrenzen ausgelöst, was die Bedeutung der Überwachung beider Parameter verdeutlicht. Die kontinuierliche Überwachung der  $\text{NH}_3$ - und  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Konzentrationen ist entscheidend für die Aufrechterhaltung Spezifikationen des Reinigungsprozesses innerhalb der vorgegebenen Grenzen. Bei dieser Anwendung bestand das Ziel darin, die  $\text{NH}_3$ -Dosierung im SC1-Bad zu überwachen, um die Rezirkulation zu verbessern und eine schnellere und gleichmäßigere

Durchmischung zu gewährleisten. Jede  $\text{NH}_3$ -Injektion zeigt einen eindeutigen Peak, gefolgt von einer geringen Konzentrationsabnahme in Höhe von  $< 0,10$  Gew.-% (Abbildung 3). Dies zeigt, wie präzise der 2060 The NIR Analyzer selbst kleinste Konzentrationsunterschiede in kurzer Zeit detektieren kann. Im Vergleich zu herkömmlichen Analysemethoden bietet der 2060 The NIR-R Analyzer erhebliche Vorteile in Bezug auf Präzision der Messungen und Analysenfrequenzen, die eine kontinuierliche Überwachung und präzise Überwachung und Steuerung bzw. Nachdosierung der Reinigungsbäder ermöglichen.



**Abbildung 3.** Trenddiagramm der  $\text{NH}_3$ - und  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Konzentration in einem SC1-Bad mit definierter Dosierrate der Bäder zur Aufrechterhaltung der Konzentrationen zwischen den Badwechseln.

**Tabelle 1.** Parameter zur Messung der Reinigungsbäder.

|     | Parameter              | Temperatur [°C]          | Messbereich [Gew. %] |
|-----|------------------------|--------------------------|----------------------|
| SC1 | $\text{NH}_4\text{OH}$ | $65 \pm 3^\circ\text{C}$ | 0–1                  |
|     | $\text{H}_2\text{O}_2$ | $65 \pm 3^\circ\text{C}$ | 0–2                  |
| SC2 | HCl                    | $35 \pm 3^\circ\text{C}$ | 0–1.5                |
|     | $\text{H}_2\text{O}_2$ | $35 \pm 3^\circ\text{C}$ | 0–5                  |
| SC2 | HCl                    | RT– $70^\circ\text{C}$   | 1–5                  |
|     | $\text{H}_2\text{O}_2$ | RT– $70^\circ\text{C}$   | 1–10                 |

Für die Erstellung der Kalibriermodelle werden Proben benötigt, die die Prozessvariationen und Messbereiche abdecken. Diese Proben werden mit NIRS und mit einer Referenzmethode analysiert. Für die Anwendung im Halbleiterbereich verfügt Metrohm Process Analytics über eine Reihe Startmodelle, die im Prozess angepasst werden. Metrohm Process Analytics bietet die komplette chemometrische Methodenentwicklung an,

unterstützt durch die kundenseitige Bereitstellung der Referenzanalysenergebnisse. Weitere Prozessanwendungen sind für die Halbleiterindustrie verfügbar, sodass die komplette Nassbank mit einem 2060 The NIR Analyzer überwacht werden können, z. B.: Flusssäure-Ätzmischungen (HF, HF /  $\text{NH}_4\text{F}$  oder auch  $\text{HNO}_3$  / HF / Si), Phosphorsäure (HotPhos),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  /  $\text{H}_2\text{O}_2$  (Piranha bzw. SPM), TMAH, und viele weitere.

## FAZIT

Die NIRS-Analyse ermöglicht die simultane Analyse mehrerer Parameter innerhalb einer Nassbank durch Aufnahme von "Echtzeit"-Spektraldaten aus dem Prozess über ein einfaches und robustes Kalibriermodell. Die Kalibriermodelle werden über den Vergleich mit einer Primärmethode (z. B. Titration oder IC) erstellt und decken Messbereiche und

Prozessvariationen ab. Mit dem 2060 The NIR Analyzer von Metrohm Process Analytics lassen sich so die Prozesssicherheit erhöhen und kontinuierliche qualitätsrelevante Parameter im Prozess entlang der gesamten Nassbank überwachen. Dies reduziert Fehldosierungen und erhöht den Produktdurchsatz sowie die Anlagenverfügbarkeit.

## WEITERE APPLIKATIONEN IM PROZESS

[AN-PAN-1012 Online-Analyse des Nickelionen- und Hypophosphitgehalts in Bädern zur stromlosen Vernickelung](#)

[AN-PAN-1028 Online-Überwachung von](#)

[Tetramethylammoniumhydroxid \(TMAH\) im Entwickler](#)

[AN-PAN-1054 Online-Überwachung von Wasserstoffperoxid während des CMP-Prozesses](#)

## VORTEILE FÜR DIE NIR SPEKTROSKOPIE IM PROZESS

- **Erhöhter Produktdurchsatz**, Reproduzierbarkeit, Produktionsraten und Rentabilität (weniger Wafer-Verwurf).
- **Effizienter Wafer-Reinigung** durch kontinuierliche Überwachung der Reinigungsbäder.
- **Mehr Einsparungen pro Messpunkt**, wodurch die Messung kosteneffizienter wird und eine gesamte Anlage mit einem einzigen Prozessanalysator überwacht werden kann.
- **Sicherere Produktion** durch "Echtzeit"-Überwachung und Vermeidung der Exposition des Bedienpersonals gegenüber chemischen Stoffen.

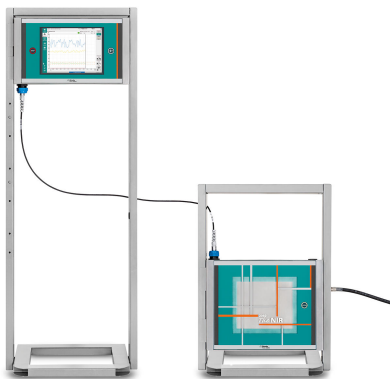


## CONTACT

Metrohm Inula  
Shuttleworthstraße 25  
1210 Wien

office@metrohm.at

## GERÄTEKONFIGURATION



### 2060 The NIR-R Analyzer

Der **2060 The NIR-R Analyzer** gehört zur nächsten Generation der Prozess-Spektroskopiegeräte von Metrohm Process Analytics. Mit seinem von innen wie aussen einzigartigen und bewährten Design liefert er alle *10 Sekunden* genaue Resultate. Er ermöglicht die zerstörungsfreie Analyse von Flüssigkeiten und Feststoffen direkt in der Prozesslinie oder in einem Reaktionsgefäß unter Verwendung von Lichtleitern und Kontaktsonden. Er ist auf den Anschluss von bis zu fünf (5) Sonden und/oder Durchflusszellen ausgelegt. Mithilfe unserer vielseitigen integrierten Software können alle fünf Kanäle unabhängig voneinander konfiguriert werden.

Als Teil der **2060-Plattform** ermöglicht der **2060 The NIR-R Analyzer** die einmalige Trennung von menschlicher Schnittstelle (Human Interface, HI) und NIRS-Schrank durch Lichtleiter. Dank dieser Fernkonfiguration können beide Schränke je nach Kundenpräferenz und Bereichsklassifizierung an verschiedenen Standorten in der Anlage aufgestellt werden. Zudem ist er in drei weiteren Gerätevarianten erhältlich: **2060 The NIR Analyzer**, **2060 The NIR-Ex Analyzer** und **2060 The NIR-REX Analyzer**.