

吸収分光法を用いた CMP スラリー中過酸化水素濃度のインライン測定

In-line measurement of hydrogen peroxide concentration in CMP slurry using absorption spectroscopy

(株)堀場製作所 ○高木 想, 斧田 拓也, 森 良弘

HORIBA Ltd. So Takagi, Takuya Onoda, Yoshihiro Mori

E-mail: so.takagi@horiba.com

半導体デバイスの高集積化に伴う多層配線構造の製造プロセスにおいては、CMP（化学的・機械的ポリッシング法）が広く用いられている。CMP スラリーには砥粒や pH 調整成分などの他、金属を酸化させる過酸化水素（酸化剤）が添加されることが多い。仕上がり平坦度の精度を上げるためには過酸化水素濃度をコントロールすることが重要であり、その測定には酸化還元滴定法が一般に用いられている。しかし滴定法は試料のサンプリングや試薬の添加に時間を要するため、リアルタイムで濃度値を知ることができないという欠点がある。

滴定に代わるインライン測定手法として、吸収分光法を試みた結果を報告する。スラリーに含まれる砥粒の粒径は一般に数十～数百 nm であり、比較的濃度が高い場合は白濁した状態である。紫外あるいは可視域の透過光は砥粒による吸収や散乱によって大きく減衰するため、吸収スペクトルから溶存成分の情報を得ることは難しい。一方、波長の長い近赤外領域では砥粒の影響を受けにくいので、過酸化水素などの溶存成分の変動を捉えることができる。

スラリーの構成成分は、水、砥粒、過酸化水素の他、砥粒の凝集防止や pH 制御などのため様々な成分が含まれている。その中で過酸化水素の変動によるスペクトル変化を抽出するため、複数波長点の吸光度を変数とする多変量解析によって過酸化水素濃度を算出する検量線を作成した。また分光分析器には（株）堀場製作所製の CS-100Z を用いた。Fig.1 に過酸化水素濃度指示値の直線性を、Fig.2 に長時間連続測定した例を示す。

吸収分光法の特徴は、非破壊その場測定が可能な点にあり、滴定法に比較すると試薬が不要でインライン連続測定も可能であるなど多くの利点がある。

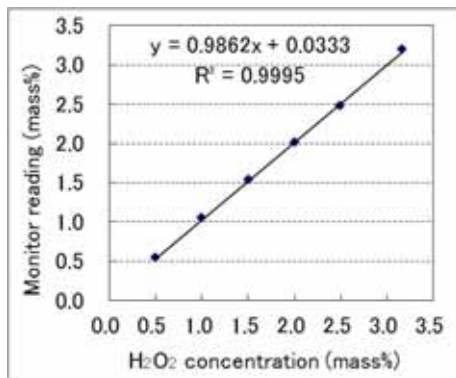


Fig.1 H₂O₂ Linearity in a slurry.

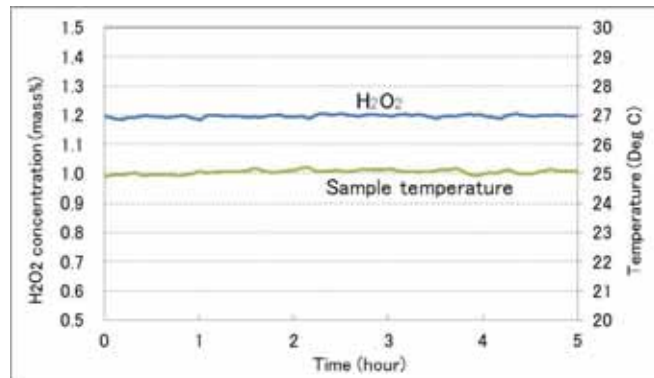


Fig.2 Stability test result using a slurry with 1.2% H₂O₂.