

# НА ПОРОГЕ «ЧИСТОЙ КОМНАТЫ»

## Россия учится применять интегрированные требования к чистым помещениям

**Василий Ретивов,**  
ведущий специалист отдела  
аналитического контроля  
ЗАО «ЭКОС-1»

**Василий Трохин,**  
к. х. н., главный инженер  
ЗАО «ЭКОС-1»

Основными потребителями высокочистых веществ являются волоконная и микроэлектронная промышленность. Так, производство сверхбольших интегральных микросхем (СБИС) с топологическими нормами до 100 нм методом фотолитографии предполагает использование химических веществ с содержанием примесей  $10^{-8}$ – $10^{-9}$  % масс. Присутствие в реактивах даже незначительного количества примесей существенно влияет на топологию и структуру эпитаксиальных слоев на поверхности кремниевой подложки, а также на скорость и чистоту химического травления и удаления фоторезиста. Требования, предъявляемые к качеству реактивов для микроэлектроники, очень высоки, и контроль проводится по всем значимым примесям.

Усредненные требования по содержанию катионных примесей в веществах особой чистоты для микроэлектроники приведены в таблице 1.

При оценке качества химических веществ, применяемых в микроэлектронной промышленности, имеет также значение отсутствие взвешенных частиц (см. табл. 2). В частности, жидкие растворители и реактивы для особо ответственных операций не должны содержать частиц размером более 0,5 мкм.

### Не наследить

При подтверждении качества реактивов подобного класса перед химиками-аналитиками стоит непростая задача — адекватно оценить количество примесей в образце, не загрязнив его в процессе анализа или пробоподготовки.



Повысить чувствительность метода анализа можно, снизив предел обнаружения и используя современные модернизированные методы, например, масс-спектрометрию с индуктивно связанной плазмой. Такой метод позволяет определять весь спектр примесей металлов.

Минуя стадию пробоподготовки, можно провести анализ органических растворителей, используемых в микроэлектронике, таких как изопропиловый спирт, этиленгликоль и др. Применение систем сжигания проб непосредственно в плазме гарантирует попадание всех примесей в детектор прибора и позволяет избежать загрязнения самой пробы. Аналогично могут быть проанализированы особо чистые ортофосфорная и фтористоводородная кислоты. При этом подготовка пробы сводится к разбавлению кислоты особо чистой водой.

Однако полностью отказаться от пробоподготовки не представляется возможным. Такие вещества, как тетраэтоксисилан и гексаметилдисилазан, применяемые в микроэлектронике для создания на поверхности подложки защитного слоя диоксида или нитрида кремния, не могут быть проанализированы напрямую, поскольку в ходе анализа образуют пленку оксида кремния, приводящую к выводу прибора из строя. В этом случае применяется метод отгонки вещества основы без кипения. При выполнении отгонки важно сохранить стерильность пробы при концентрировании. Наиболее удобным в этом отношении методом является субпергонка анализируемой пробы с использованием инфракрасного излучения. При этом нагрев образца происходит только в поверхностном слое, вследствие чего исключается унос примесей с парами соединения, имеющий место при обыч-



23 июля 2010 года. Тест-драйв марсохода Curiosity в «чистой комнате» лаборатории реактивного движения (Jet Propulsion Laboratory или JPL) в научно-исследовательском центре НАСА (США). Посадка марсохода на красную планету должна состояться с 6 по 20 августа 2012 года

ной отгонке при кипении. Таким образом, происходит удаление основного компонента пробы и концентрирование примесей. Все эти операции проводят с использованием глубокого вакуума и специальных приспособлений, что влечет за собой значительное увеличение продолжительности анализа и, в итоге, его стоимости.

### Курс на перевооружение

При анализе примесей анионов в веществах для микроэлектроники химические и химико-спектральные методы малоэффективны в силу своей низкой надежности и необходимости проведения

длительной пробоподготовки с риском внесения дополнительного загрязнения пробы. Предпочтительным методом является ионная хроматография, позволяющая определять неорганические и органические анионы, амины и другие органические соединения в ионной форме. Метод обладает высокой чувствительностью определения (до 1 ppb без предварительного концентрирования) и в большинстве случаев не требует пробоподготовки, хотя, при необходимости, проба может фильтроваться и разбавляться. Высокая селективность и быстрота ионной хроматографии позволяют определять за один анализ сразу группу ионов, например, неорганических анио-

Таблица 1. Требования к содержанию примесей в особо чистых веществах для микроэлектроники, % масс

Ag: $\leq 1 \times 10^{-9}$	Cu: $\leq 1 \times 10^{-9}$	Pb: $\leq 2 \times 10^{-9}$
Al: $\leq 2 \times 10^{-8}$	Fe: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Pt: $\leq 5 \times 10^{-9}$
As: $\leq 1 \times 10^{-9}$	Ga: $\leq 2 \times 10^{-9}$	Rb: $\leq 2 \times 10^{-9}$
Au: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Hg: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Sb: $\leq 1 \times 10^{-8}$
Ba: $\leq 2 \times 10^{-9}$	In: $\leq 2 \times 10^{-9}$	Se: $\leq 1 \times 10^{-8}$
Be: $\leq 1 \times 10^{-8}$	K: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Sn: $\leq 5 \times 10^{-8}$
Bi: $\leq 1 \times 10^{-9}$	Li: $\leq 2 \times 10^{-9}$	Sr: $\leq 2 \times 10^{-9}$
Ca: $\leq 2 \times 10^{-8}$	Mg: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Ti: $\leq 1 \times 10^{-8}$
Cd: $\leq 1 \times 10^{-9}$	Mn: $\leq 5 \times 10^{-9}$	Tl: $\leq 1 \times 10^{-9}$
Co: $\leq 1 \times 10^{-9}$	Mo: $\leq 5 \times 10^{-9}$	V: $\leq 1 \times 10^{-8}$
Cr: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Na: $\leq 1 \times 10^{-8}$	Zn: $\leq 1 \times 10^{-8}$
Cs: $\leq 2 \times 10^{-9}$	Ni: $\leq 2 \times 10^{-8}$	Zr: $\leq 1 \times 10^{-8}$

Таблица 2. Требования к содержанию взвешенных частиц в веществах для микроэлектроники

Частицы > 0,5 мкм/см <sup>3</sup>	Градация качества по SEMI*
–	4
< 10	3
< 50	2
< 250	1

\* SEMI (Semiconductor Equipment and Materials International) – торговая организация производителей материалов и оборудования, используемых в производстве полупроводниковых устройств, таких как интегральные схемы, транзисторы, диоды и тиристоры





Сборка жестких дисков на 500 Гб для ноутбуков в чистом производственном помещении, Seagate (Китай)

нов и органических кислот, либо аминов (10 ионов за  $10^{-15}$  мин, а при градиентном элюировании 22 иона за 25 мин),

обладающих существенной коррозионной активностью, затруднительно. Приборная база по контролю частиц не соответству-

**Существующая в России приборная база для контроля взвешенных частиц в особо чистых веществах не соответствует требованиям химической промышленности.**

в отличие от обычных, уже устаревших методов «мокрой химии». Причем компоненты пробы могут находиться в разных диапазонах концентраций.

В настоящее время проведение контроля взвешенных частиц в особо чистых веществах (3 частицы/мл для частиц размером  $> 0,1$  мкм и 0,2 частицы/мл для частиц размером  $> 0,2$  мкм), особенно

ет нуждам химической промышленности и в основном рассчитана на измерения частиц в воде. Практически отсутствуют или обладают недостаточными характеристиками отечественные стандарты для средств измерения по контролю взвешенных частиц, а также метрологическая база. Для изменения ситуации необходимо перевооружение аналитических лабо-



Чистые производственные помещения применяются для различных отраслей промышленности — фармацевтической, медицинской, электронной, пищевой и др. В «чистых комнатах» используется оборудование, выделяющее минимум



загрязнений или не выделяющее их вообще, люди одеваются в «непыляющую» одежду, и их учат правильно вести себя, иначе значительные затраты на создание чистых помещений попросту бессмысленны

раций, а также гармонизация отечественных и международных стандартов.


**Чистые помещения**

Существенной проблемой отечественной отрасли высокочистых веществ является отсутствие интеграции между различными этапами технологического процесса, требующего соблюдения условий «чистой комнаты».

Для соблюдения требований, предъявляемых к чистым помещениям, научно-исследовательские лаборатории и производственные мощности должны быть объединены в единый комплекс. При этом необходимо отделять производственные помещения многокомпонентных химических производств, таких как синтез неорганических солей, и от производства высокочистой продукции, и от аналитической лаборатории, так как они могут являться источниками систематических загрязнений.

Таким образом, основной проблемой анализа высокочистых веществ для микроэлектроники является обеспечение достоверного контроля качества, включающего отбор пробы, пробоподготовку, выбор метода, осуществление анализа и интерпретацию данных. Важно изменить подход к организации производственных и лабораторных помещений, повысить культуру работы с высокочистыми веществами, обеспечить повышение квалификации специалистов, доработать отечественную методическую и нормативную базу. Только изменив коренным образом подход к веществам сверхвысокой чистоты можно решить эти проблемы и сделать отечественные высокочистые вещества конкурентоспособными на мировом рынке. ■





# ЭКОЛОГИЧЕСКИЙ МОНИТОРИНГ И КОНТРОЛЬ

## ЗАО «Экрос-Инжиниринг»

- разработка проектов экологического контроля и мониторинга;
- разработка проектов систем газоочистки и контроля газодымовых выбросов;
- разработка проектов лабораторий технологического, экологического контроля и промышленной безопасности;
- создание информационно-аналитических центров сбора, обработки информации и предупреждения аварийных ситуаций;
- строительство быстровозводимых зданий (производственного и лабораторного назначения) модульного типа;
- создание и установка систем экологического контроля и мониторинга;
- поставка приборов и оборудования, монтажные, пуско-наладочные работы и техническое обслуживание

[www.ingecros.ru](http://www.ingecros.ru)

## ООО «АвтоЛаб»

- изготовление и комплектация автоматических стационарных постов и передвижных станций экологического контроля;
- изготовление и комплектация передвижных лабораторий контроля качества нефти, н/п и лекарственных препаратов;
- поставка газоанализаторов загрязнения атмосферного воздуха ESA
- поставка и введение в эксплуатацию автоматизированных систем подготовки проб для определения стойких органических загрязнителей

[www.ecolabavto.ru](http://www.ecolabavto.ru)