



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106662507 B

(45)授权公告日 2019.09.13

(21)申请号 201580038916.9

专利权人 信越半导体株式会社

(22)申请日 2015.07.21

(72)发明人 川端克彦 一之瀬达也 今井利彦

(65)同一申请的已公布的文献号

(74)专利代理机构 隆天知识产权代理有限公司
72003

申请公布号 CN 106662507 A

代理人 李昕巍 郑特强

(43)申请公布日 2017.05.10

(51)Int.Cl.

G01N 1/00(2006.01)

G01N 1/28(2006.01)

G01N 27/62(2006.01)

G01N 35/10(2006.01)

(30)优先权数据

2014-167171 2014.08.20 JP

(56)对比文件

CN 103512769 A, 2014.01.15,

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2017.01.16

审查员 赵鹏

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2015/070681 2015.07.21

权利要求书1页 说明书8页 附图3页

(87)PCT国际申请的公布数据

W02016/027607 JA 2016.02.25

(73)专利权人 埃耶士株式会社

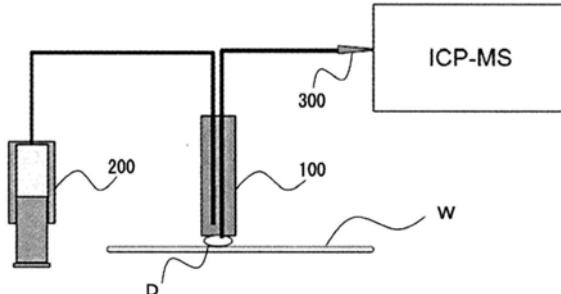
地址 日本东京都

(54)发明名称

基板局部的自动分析装置及分析方法

(57)摘要

本发明的目的在于提供一种可将ICP-MS所进行的基板的局部分析予以自动化的分析装置。本发明涉及一种基板局部的自动分析装置，其具备局部分析用喷嘴，所述局部分析用喷嘴具有：分析液供给构件，将分析液喷出至基板上；分析液排出构件，从基板上将包含分析对象物的分析液回收至喷嘴内并往雾化器输送液体；以及排气构件，以喷嘴内作为排气路径；所述自动分析装置并具有：自动输送液体构件，将回收后的分析液自动地输送液体至ICP-MS；流量调整构件，调整分析液流量；自动控制构件，同时进行局部分析与借由ICP-MS的分析对象物的分析，而连续地自动分析基板的相邻接的多个既定区域。



1.一种基板局部的自动分析装置,包括:

泵,供给分析液;局部分析用喷嘴,将从所述泵供给的分析液喷出至基板表面的既定区域,使既定区域内的分析对象物移至分析液,并采收所述分析液而借此回收分析对象物;雾化器,借由负压来吸引所述局部分析用喷嘴内的包含分析对象物的分析液;以及感应耦合等离子质谱分析装置,对于从所述雾化器所输送液体的分析液中包含的分析对象物进行分析;其中,

所述局部分析用喷嘴具有:分析液供给构件,将分析液喷出至基板上;分析液排出构件,从基板上将包含分析对象物的分析液采收至局部分析用喷嘴内并往雾化器输送液体;以及排气构件,以局部分析用喷嘴内作为排气路径;

所述自动分析装置并具有:

自动输送液体构件,将被引入至局部分析用喷嘴的包含分析对象物的分析液,自动地输送液体至感应耦合等离子质谱分析装置;

流量调整构件,调整从泵供给至局部分析用喷嘴的分析液的流量、与从局部分析用喷嘴输送液体至雾化器的分析液的流量;

自动控制构件,同时进行局部分析用喷嘴所进行的分析液的采收与借由感应耦合等离子质谱分析装置的分析对象物的分析,以及所述排气构件所进行的排气与所述局部分析用喷嘴的移动,而连续地自动分析基板的相邻接的多个既定区域;

局部分析用喷嘴中,将分析液供给至基板的端部的喷嘴形状为筒状,并于所述筒状的端部具有可沿着筒状部的内壁来保持分析液的内部空间。

2.一种自动分析方法,使用根据权利要求1所述的自动分析装置自动地分析基板表面局部,所述自动分析方法包括:

局部分析步骤,将从所述泵被供给至局部分析用喷嘴的分析液,从所述局部分析用喷嘴的分析液供给构件喷出至基板表面的既定区域后,从分析液排出构件将包含分析对象物的分析液从基板上采收至局部分析用喷嘴内,并将基板上的既定区域内所包含的分析对象物回收至局部分析用喷嘴内;以及

分析对象物的分析步骤,借由负压将包含分析对象物的分析液从局部分析用喷嘴内吸引至雾化器,并输送液体至感应耦合等离子质谱分析装置,而自动地分析包含于分析液中的分析对象物;其中,

与所述局部分析用喷嘴的移动及排气构件所进行的对局部分析用喷嘴内的排气同时的进行局部分析步骤,

借由所述流量调整构件,将从泵供给至局部分析用喷嘴的分析液的流量,设为与从局部分析用喷嘴输送液体至雾化器的分析液的流量为同量以上。

基板局部的自动分析装置及分析方法

技术领域

[0001] 本发明涉及使用感应耦合等离子质谱分析装置 (ICP-MS) 的自动化地进行基板的局部分析的装置,以及使用该装置的分析方法。此外,涉及可连续且同时地进行从基板表面回收微量元素的局部分析、与ICP-MS对回收后的微量元素所进行的分析的装置。

背景技术

[0002] 半导体晶圆等基板,是将硅等的晶棒切断而制造者,由于晶棒切断时的偏析、杂质混入等,有时会于基板表面的局部混入未意料到的杂质元素。因此,为了特定出所得的基板中所包含的杂质元素与该存在位置,使用全面分析、边缘分析、局部分析等各种分析装置。当中,对基板进行全面分析的装置中,为人所知者有具备对硅等的晶圆进行蚀刻的蚀刻单元、与分析出蚀刻液内的杂质元素的分析单元的装置等。此等全面分析用的装置中,由于整体地分析基板全面中所包含的杂质元素,所以当杂质元素仅存在于边缘部分或局部部分等的基板的一部分时,对于杂质元素存在于基板上的何处并不明朗。当未明了杂质元素的正确污染位置时,也无法决定应进行局部分析的位置,而无法特定出杂质元素的分布状况。

[0003] 因此,在局部分析之前,作为可简便地特定出基板上的杂质元素的分布状况的分析装置,为人所知者有全反射荧光X射线分析装置、二次离子质谱分析装置 (SIMS)、应用光激发光的装置等。例如,根据专利文献1所记载的全反射荧光X射线分析装置,能够以非破坏性简便地检测出杂质元素的面内配置。

[0004] 在此,半导体晶圆等的基板分析中,对于使用基板的半导体装置,迈向高精细化的装置的量产而要求组件性能的提升和良率的提升。因此,对于成为此等装置的原材料的基板,为要求即使是微量污染源也能够特定出者。如此,对于基板分析装置,为要求可检测出基板所包含的微量且局部存在的杂质元素的高精度。然而,上述全反射荧光X射线分析装置,虽能够以非破坏性简便地检测,但当基板所包含的杂质元素的存在量为微量时,有时无法检测出杂质元素的存在。此外,仅能测定有限种类的杂质元素。SIMS虽可进行局部分析,但与全反射荧光X射线分析装置相同,无法检测出微量的杂质元素。具体而言,可检测出的杂质元素的浓度,全反射荧光X射线分析 (TRXRF) 为 $10^{10} \sim 10^{12}$ atoms/cm², SIMS为 $10^9 \sim 10^{10}$ atoms/cm²。

[0005] 因此,作为即使基板所包含的杂质元素的存在量为微量,也可高精度地分析的分析装置,为有感应耦合等离子质谱分析装置 (ICP-MS)。根据ICP-MS,也可检测出例如次ppt等级 (pg/mL) 的微量污染。此外,即使于基板表面包含多个杂质元素,甚至可特定出杂质元素的种类及各元素的存在量。如上所述,当使用ICP-MS来分析基板表面所局部包含的杂质元素时,可适用将保护膜贴合于欲分析的局部以外的部分的分析(专利文献2),或是使对基板进行蚀刻的蚀刻气体的蒸气仅接触于欲分析的局部的部分的装置(专利文献3、4)等。

[0006] 此外,于依据ICP-MS的分析中,为人所知者,为有如专利文献4的装置般采用基板分析用喷嘴,并以极微量的分析液来回收基板所存在的杂质元素的装置。就基板分析用喷嘴而言,例如有图5般的基板分析用喷嘴(专利文献5)。图5中,基板分析用喷嘴500,为将供

给至分析液槽510的分析液,经由分析液供给管520供给至基板W,并能够以表面张力将微量的分析液D保持在圆顶状的喷嘴端部550。因此,借由保持微量的分析液,可回收基板上的污染物。

- [0007] [现有技术文献]
- [0008] [专利文献]
- [0009] [专利文献1]日本特开2012-132826号公报
- [0010] [专利文献2]日本特开2003-17538号公报
- [0011] [专利文献3]日本特开2002-39927号公报
- [0012] [专利文献4]日本特开2011-232182号公报
- [0013] [专利文献5]日本特开2008-132401号公报。

发明内容

- [0014] [发明所欲解决的课题]

[0015] 然而,上述使用ICP-MS的分析装置中,在回收包含杂质元素的分析液后,必须先将分析液采集至小瓶等的回收容器,然后再经由人力来进行依据ICP-MS的分析。该分析中,不仅有受到外部污染的影响的疑虑,手动所导致的时间损耗也大。因此,本发明的目的在于提供一种可将从包含杂质元素的分析液的回收至依据ICP-MS的局部分析为止自动化地进行的分析装置。

- [0016] [用以解决课题的手段]

[0017] 因此,本发明者们对于可将依据感应耦合等离子质谱分析装置(ICP-MS)的局部分析予以自动化的装置进行探讨。于该探讨时,以具备基板分析用喷嘴的装置为基础来达成该自动化,而思索出本发明。选择具备喷嘴的分析装置的理由,是考虑到借由使喷嘴达成小型化,可从面积更微小的局部来取样,并借由限制所喷出的分析液量,而能够分析更微量的元素之故。

[0018] 本发明涉及一种基板局部的自动分析装置,其中具备:泵,供给分析液;局部分析用喷嘴,将从所述泵所供给的分析液喷出至基板表面的既定区域,将既定区域内的分析对象物移至分析液,并采收该分析液而借此回收分析对象物;雾化器,借由负压来吸引所述局部分析用喷嘴内的包含分析对象物的分析液;以及感应耦合等离子质谱分析装置,对于从所述雾化器所输送液体的分析液中所包含的分析对象物进行分析;其中,所述局部分析用喷嘴具有:分析液供给构件,将分析液喷出至基板上;分析液排出构件,从基板上将包含分析对象物的分析液采收至局部分析用喷嘴内并往雾化器输送液体;以及排气构件,以局部分析用喷嘴内作为排气路径;所述自动分析装置并具有:自动输送液体构件,将被采收至局部分析用喷嘴的包含分析对象物的分析液,自动地输送液体至感应耦合等离子质谱分析装置;流量调整构件,调整从泵供给至局部分析用喷嘴的分析液的流量、与从局部分析用喷嘴输送液体至雾化器的分析液的流量;自动控制构件,同时进行局部分析用喷嘴所进行的分析液的采收与借由感应耦合等离子质谱分析装置的分析对象物的分析,而连续地自动分析相邻接的多个既定区域。

[0019] 本发明的自动分析装置中,由于具有将被采收至局部分析用喷嘴的包含分析对象物的分析液自动地输送液体至感应耦合等离子质谱分析装置的自动输送液体构件,所以可

抑制外部污染并迅速地分析。此外,由于具有自动控制构件,其同时进行局部分析用喷嘴的分析液所进行的采收与借由感应耦合等离子质谱分析装置的分析对象物的分析,而连续地自动分析相邻接的多个既定区域,故即使仅在基板上的特定位置上仅存在有微量(例如 $10^8\text{atoms}/\text{cm}^2$ 以下)的元素,也可特定出该分布状况。

[0020] 自动输送液体构件以能够不经由小瓶等而将局部分析用喷嘴内的分析液直接输送液体至连接于ICP-MS的雾化器的方式进行配管而构成。此外,就自动控制构件而言,除了可对例如泵的分析液供给量、来自局部分析用喷嘴前端的分析液喷出量、往雾化器的分析液吸引量、以及往ICP-MS的输送液体量等,各别或整体地进行计算机控制者之外,也可为以可与ICP-MS的分析速度同时进行的方式,控制来自局部分析用喷嘴前端的分析液喷出量。

[0021] 在此,与仅单纯采用自动输送液体构件的装置,也就是以往的分析装置相比,在单纯仅废除使用小瓶等人力媒介而构成为可将局部分析用喷嘴的分析液直接运送至雾化器的分析装置时,调整从局部分析用喷嘴喷出至要分析的既定区域的分析液的液量为须留意的课题。为了仅对基板上的既定区域正确地分析,必须将从局部分析用喷嘴喷出至基板的既定区域的分析液量,正确且持续保持在一定量。尤其,本发明具备后述自动控制构件且构成为可连续地分析基板的多个既定区域,所以当连续地持续进行局部分析时,于该分析中,要求将从局部分析用喷嘴所喷出的分析液量恒常保持为一定。因此,本发明中,构成为具有流量调整构件,用以调整从泵供给至局部分析用喷嘴的分析液的流量、与输送液体至雾化器的分析液的流量。就流量调整构件而言,除了可借由泵的流量而简便地调整供给至局部分析用喷嘴的分析液量之外,由于往雾化器的输送液体因后述理由而应用负压,故可借由采用下列构成来调整流量。也就是,分析液往雾化器的输送液体量,可借由将下列方式中的任一种或此等的组合来调整:将惰性气体与分析液一同供给至雾化器,并构成可调整该惰性气体供给量;调整连接于雾化器的分析液供给管的内径或长度;或是于局部分析用喷嘴与雾化器之间具备液量调整用泵。

[0022] 接着详细说明本发明的局部分析用喷嘴。本发明的局部分析用喷嘴,具有:将分析液喷出至基板上的分析液供给构件、从基板上将包含分析对象物的分析液采收至喷嘴内并往雾化器输送液体的分析液排出构件、以及以局部分析用喷嘴内作为排气路径的排气构件。以往的基板分析装置,如上述般,以先将基板上的分析对象物移至分析液来进行回收,并在将分析液保管于小瓶后,借由ICP-MS进行分析为前提,就所适用的喷嘴而言,如图5所示,以1根管兼用作为将分析液喷出至基板的供给管、与将喷出的分析液采取至喷嘴内的排出管。相对于此,本发明的基板分析装置,为了同时进行将分析液采取至局部分析用喷嘴内、与ICP-MS所进行的元素分析,将分析液供给构件与分析液排出构件构成为各别路径。具体而言,较优选为具有下列2根管的局部分析用喷嘴,也就是,具有与泵连接且可将分析液喷出至基板上的供给管、及与雾化器连接且将从基板采取至喷嘴内的分析液输送液体的排出管。以下,有时将「局部分析用喷嘴」记载为「喷嘴」。

[0023] 如上述般,以往的喷嘴,以单一管进行分析液往基板上的供给与从基板上采取分析液,如图5的分析液槽510般,若于喷嘴内设置可贮留分析液的空间,并调整该挤压量,则可简便地微调整喷出至基板上的分析液的液量。相对于此,本发明并未如以往的喷嘴般于喷嘴内设置可贮留分析液的槽,故难以微调整基板上的分析液量。这是由于需借由如分析液供给构件及分析液排出构件的各别路径的各别流量,来进行喷出至基板上的分析液量、

与从基板上采取至喷嘴内的分析液量的调整。也就是，本发明中，由于具有分析液供给构件与分析液排出构件的各别路径，故难以将分析液从喷嘴往基板的喷出量、与从基板往喷嘴的采取量的差保持为一定。具体而言，由于例如在分析晶圆的全面时，若为12吋晶圆，则喷嘴径为10mm时以喷嘴扫描25分钟来进行分析，喷嘴径为5mm时以喷嘴扫描50分钟来进行分析，于该分析时间中，难以将上述喷出量与采收量的差恒常保持为一定。如此，本发明的局部分析用喷嘴，与以往的喷嘴相比，供给至基板上的分析液量容易增减。此外，当从喷嘴喷出的分析液过多时，分析液有时会渗出至基板的既定区域以外，例如渗漏并扩散至欲进行局部分析的场所以外。

[0024] 此外，当基板上具有氧化膜或氮化膜等的形成膜时，作为局部分析的前步骤，必须借由蚀刻等来去除形成膜，但在对此等蚀刻后的基板进行局部分析时，喷嘴内的分析液量也容易增加。由于H₂O作为蚀刻的副产物残存于基板上，所以愈持续进行局部分析，分析液量愈增加，当分析液量过多时，与上述相同，分析液有时会从喷嘴渗出，造成润湿并扩散。

[0025] 于该背景下，本发明的局部分析用喷嘴中，除了上述分析液供给构件与分析液排出构件之外，也具有以喷嘴内作为排气路径的排气构件。借由该喷嘴，一边将喷嘴内排气以成为减压环境并一边进行局部分析，借此，即使喷嘴内的分析液量过多，也可将分析液保持在喷嘴内，而能够防止分析液的渗出。本发明的基板分析装置中，也可借由所述流量调整构件将泵及ICP-MS的分析液流量调整为大致等量，而将基板上的分析液量保持为大致一定。然而，流量调整构件所调整的输送液体至雾化器的分析液的流量，难以实时地测量，一般从一定时间内的分析液的重量减少量来求取流量。因此，使用流量调整构件时，由于经常会将比从上述所算出的往雾化器的输送液体量稍多的分析液供给至局部分析用喷嘴等情况来看，即使具有流量调整构件，也可能产生分析液量的增减。于该背景下，本发明中，除了流量调整构件的外并于喷嘴内设置排气构件，可万全地对应于基板上的分析液量的增减。

[0026] 此外，本发明的局部分析用喷嘴，较优选为将分析液供给至基板的端部的喷嘴形状为筒状，于所述筒状的端部，具有可沿着筒状部的内壁来保持分析液的内部空间。当往喷嘴内的分析液供给量过多时，即使喷嘴内的分析液的液面上升，也可沿着筒状端部的内壁来保持分析液，所以分析液不易渗出至喷嘴外。

[0027] 在此，以往的基板分析中，以也可回收更微量的污染物的方式将分析液的液量极力抑制在微量者作为技术常识。因此，以往的基板分析装置所采用的喷嘴，一般采用可保持微量的分析液且不易脱落的喷嘴形状。例如，图5的以往的喷嘴中，借由将喷嘴前端的形状形成为圆顶型，可借由表面张力来保持微量的分析液。相对于此，如以上所述，本发明的自动分析装置中，如上述般以各别路径具有分析液供给构件与分析液排出构件作为喷嘴构造，故从可能产生分析液从喷嘴往基板的供给量过多的情形来看，可能产生与使分析液量恒常以微量来作为固定量的以往的喷嘴完全不同的问题。

[0028] 于该背景下，相对于采用了用以保持微量的分析液的有效的喷嘴形状的以往的分析喷嘴，本发明中，采用可将更多的分析液保持在喷嘴内的形状。也就是，以往的分析喷嘴（例如图5的喷嘴前端550般的前端构成为圆顶形状的喷嘴），乃适合于保持微量的分析液，但是可保持的分析液量受到限制，于也须保持过剩的分析液的本发明的自动分析装置中无法采用。另一方面，若是如本发明般的至少喷嘴端部为筒状，且具有可沿着筒状部的内壁来保持分析液的内部空间的局部分析用喷嘴，则可将接触于基板表面的分析液的量（表面积）

设为既定范围内，并且即便在因来自分析液供给构件的供给过多而使分析液量增加的情形，也可借由沿着喷嘴内壁来保持分析液而保持过剩量的分析液。如上述般，本发明的局部分析用喷嘴，由于具有排气构件，故可借由上述形状的喷嘴而沿着喷嘴内壁来保持过剩量的分析液。这是由于若是在无排气构件的喷嘴中，即使将喷嘴形状构成为如上述般具有可沿着筒状部的内壁来保持分析液的内部空间，当保持于喷嘴内壁的分析液增加时，也会因本身重量而从喷嘴渗出之故。如此，上述形状的喷嘴，借由具有排气构件，可保持过剩量的分析液。此外，可保持于本发明的局部分析用喷嘴内的分析液量也可借由调整喷嘴的长度来控制。

[0029] 就供给至喷嘴的分析液的量而言，于以往的分析用喷嘴中大约可供给200~1000μL于喷嘴内的分析液槽等，相对于此，本发明的局部分析用喷嘴，约为20~100μL。如此，本发明的局部分析用喷嘴，与以往的喷嘴相比，可达到小型化，并借由依据100μL以下的分析液的局部分析，可进行精度高的元素分析。另一方面，以往的分析装置中，于借由ICP-MS进行的局部分析时，无法将分析液量设为未达200μL的微量。这是由于在以ICP-MS进行测定时，于测定所需时间(因测定元素数的不同而异，大约为3分钟)之间，除了导入于ICP-MS的分析液量之外，于从雾化器至ICP-MS的连接配管内，也须充满要进行测定的分析液之故。于ICP-MS分析时，当依据雾化器等进行负压吸引时，若连接配管内的分析液用完，则会因阻力降低而产生未意料到的流量增加，使ICP-MS的感度产生大幅变化，故无法进行正确的分析。因此，以往的分析装置中，至少需有200μL以上的分析液。相对于此，本发明中由于连续地分析相邻接的多个既定区域，即使对1处的区域将分析液量设为200μL以下，也可将在相邻接的其他区域进行分析的分析液接续供给至ICP-MS，所以在从雾化器至ICP-MS的配管内，可恒常充满有任意的分析液。因此，本发明中，与以往相比，可将每1处的用于局部分析的分析液降低为一半量以下，并可进行高精度的元素分析。

[0030] 相对于以上所说明的局部分析用喷嘴，供给分析液的泵，较优选为采用活塞泵、栓塞泵、注射泵等的容积式泵，特优选为注射泵。这是由于可相对正确地维持分析液的供给量之故。

[0031] 本发明的基板分析装置中，以可借由负压吸引，将借由以上的局部分析用喷嘴所回收的分析液输送液体至雾化器的方式而配置。例如，将Ar等的惰性气体供给至雾化器以产生负压，借此可借由负压将分析液输送液体至雾化器。具体而言，当以每分钟1L将惰性气体供给至雾化器时，可借由负压将每分钟约20~100μL的分析液输送液体至雾化器。在此，采用负压吸引作为分析液的供给构件，由于不易产生因分析液残存于泵内的无效空间部分而污染之后所测定的试样的所谓「记忆效应」之故。本发明的分析装置，其连续地自动分析基板的相邻接的多个既定区域，当于局部分析用喷嘴与雾化器之间的供给路径产生记忆效应时，相对于基板的既定区域的分析结果变得不正确，即使在以喷嘴进行的局部分析与ICP-MS所进行的分析对象物的分析的同时分析中，也容易产生偏差。因此，当具备泵作为流量调整构件时，较优选为采用对无效空间的残留少的泵。例如可采用蠕动泵(Peristaltic Pump)。但是当使用蠕动泵时，虽然无效空间的残留少，但由于本发明以微量元素分析为目的，故须留意来自构成泵的管的污染。适用作为雾化器的器具可适用以往一般所知者。此外，关于感应耦合等离子质谱分析装置也可适用以往一般所知者。

[0032] 就借由以上的自动分析装置来进行分析的基板而言，可将半导体晶圆、玻璃基板

等的各种基板作为分析对象,较优选为半导体晶圆。就进行局部分析的相邻接的多个既定区域而言,其可仅对借由全反射荧光X射线分析法等而在某种程度上特定出杂质元素的存在的污染区域进行分析,或是可对基板全体连续地进行局部分析。此外,在对基板上具有氧化膜或氮化膜等的亲水性的形成膜的基板进行分析时,较优选为预先蚀刻去除形成膜。这是为了防止从喷嘴喷出的分析液于亲水性的膜上泄漏而扩散。

[0033] 使用以上的分析装置来自动地分析基板表面局部的方法,可适用下列的基板局部的自动分析方法,其包含:局部分析步骤,将从泵被供给至局部分析用喷嘴的分析液,从局部分析用喷嘴的分析液供给构件喷出至基板表面的既定区域后,从分析液排出构件将包含分析对象物的分析液从基板上采收至局部分析用喷嘴内,而将基板上的既定区域内所包含的分析对象物回收至局部分析用喷嘴内;以及分析对象物的分析步骤,借由负压将包含分析对象物的分析液从局部分析用喷嘴内吸引至雾化器,并输送液体至感应耦合等离子质谱分析装置,而自动地分析包含于分析液中的分析对象物;其中,一边借由排气构件对局部分析用喷嘴内进行排气时一边进行局部分析步骤;并借由流量调整构件,将从泵供给至局部分析用喷嘴的分析液的流量,设为与从局部分析用喷嘴输送液体至雾化器的分析液的流量为同量以上。

[0034] 如关于上述分析装置的发明中所详细叙述般,在将从局部分析用喷嘴所回收的分析液自动地输送液体至ICP-MS的本发明中,于连续地持续进行基板的局部分析的期间,恒常要求将从喷嘴所喷出的分析液量保持为一定。尤其是,由于借由负压将局部分析用喷嘴所回收的分析液吸引至雾化器,故难以正确地微调整喷嘴内的分析液量。因此,当局部分析用喷嘴内的分析液量过多时,从喷嘴所喷出的分析液有时会渗出至既定区域外。相反的,当局部分析用喷嘴内的分析液量减少时,喷出的分析液量不足。当分析液量过于不足时,雾化器会吸引分析液周边的空气,而难以正确地分析。

[0035] 于以上的背景下,本发明的分析方法中,借由排气构件将局部分析用喷嘴内一边排气一边进行局部分析步骤,并且将从泵输送液体至喷嘴的分析液量调整为与从喷嘴输送液体至雾化器的分析液量为同量以上。通过排气构件一边排气一边进行局部分析,借此,即使局部分析用喷嘴内的分析液量过多,也可防止分析液从喷嘴渗出。于以排气构件进行的排气中,在从局部分析用喷嘴所喷出的基板上的分析液与喷嘴端部之间导入一定的外部气体,使分析液沿着喷嘴端部配置在球面上,以防止渗出至喷嘴外。此外,借由流量调整构件,将从泵供给至喷嘴的分析液的流量调整为与ICP-MS的分析流量为同量以上,借此可防止喷嘴内的分析液量的不足。

[0036] (发明的效果)

[0037] 如以上所说明般,根据本发明,对于基板上的既定区域中所包含的微量元素,可自动化地进行分析,并且可连续地分析相邻接的多个既定区域。因此,可较以往更减少分析液量并提升分析精度,并且也可特定出基板上的微量元素的存在位置。

附图说明

[0038] 图1为实施例的自动分析装置的概略剖面图。

[0039] 图2为实施例的局部分析用喷嘴的剖面图。

[0040] 图3为显示实施例的分析中的局部污染状态及喷嘴操作的图。

- [0041] 图4为实施例的ICP-MS分析结果图。
- [0042] 图5为以往的基板分析用喷嘴的概略图。
- [0043] 其中,附图标记说明如下:
- [0044] 100 局部分析用喷嘴
- [0045] 120 分析液供给构件
- [0046] 130 分析液排出构件
- [0047] 150 喷嘴前端
- [0048] 160 排气构件
- [0049] 200 泵
- [0050] 300 雾化器
- [0051] D 分析液
- [0052] W 基板。

具体实施方式

- [0053] 以下说明本发明的实施例。
- [0054] 本实施例中,使用图1所示的自动分析装置来进行基板的局部分析。局部分析用喷嘴100,其与注射泵200连接,而能够将分析液从注射泵200输送液体至喷嘴100内。此外,喷嘴100内的分析液被输送液体至雾化器300,而能够自动地输送液体至ICP-MS。于雾化器300中,可供给Ar气体的惰性气体供给路径与排出管另外地连接(图中未显示)。
- [0055] 图2为上述局部分析用喷嘴100的剖面图。如图2所示,局部分析用喷嘴100具有:大致呈筒状的喷嘴本体、与注射泵200连接的供给用管120、以及与雾化器300连接的排出管130。供给用管120可将分析液从注射泵200供给至喷嘴100内并喷出至基板W者,排出管130可从基板W回收分析液D并输送液体至雾化器300者。此外,局部分析用喷嘴100内具有可往箭头方向排气的排气构件160,并与排气泵(图中未显示)连接。
- [0056] 接着说明使用上述分析装置的具体的分析方法。分析对象的基板,使用12吋的由硅所构成的晶圆基板。将分别混合有10ppb (ng/mL) 的Sr、Ba、Cd、Li、Mo、Pb的各元素的污染溶液,如图3所示般局部性地每次滴入5μL于上述晶圆基板上,而制备经局部污染的基板。
- [0057] 对于该已污染的基板,使用图1所示的分析装置来进行局部分析。首先将包含3% HF、4% H₂O₂的分析液1500μL,充填于在注射泵与喷嘴之间连接的PFA管内,借由注射泵将该分析液供给至喷嘴,并从供给用管将分析液100μL喷出至基板。此时,借由排气泵以排气速度0.3~1.0L/min往图2的箭头方向进行排气。借由以上操作将存在于基板表面的分析对象物移至分析液中后,从排出管将分析液D吸引并引入至喷嘴内。然后从惰性气体供给路径,以每分钟1.0L将Ar气体供给至雾化器以产生负压,并以约100μL/min的流量使包含分析对象物的喷嘴内的分析液输送液体至雾化器。接着进行依据ICP-MS的分析。上述分析中,以描绘出如图3的箭头所示的线的方式,一边以10mm/sec使喷嘴于基板上移动,一边将分析液喷出与吸引,而连续地进行局部分析。此外,以与分析液往喷嘴内的采收同时地进行的方式,借由ICP-MS对从喷嘴内输送液体至雾化器的分析液进行元素分析。再者,将与往雾化器的输送液体为同量以上的分析液,从雾化器供给至喷嘴并喷出至基板而将基板上的分析液量维持在约100μL。由ICP-MS所进行的分析结果如图4所示。

[0058] 如图4般,于分析时间190、290、360、420秒附近,检测出各分析元素的较强强度峰值。对照喷嘴的移动速度及移动位置、与元素峰值的检测时间,可得知在相当于将污染溶液滴入于晶圆上的位置的分析时间中检测出元素峰值。从上述内容中,可确认到借由该分析装置,能够特定出各分析元素的污染位置。

[0059] 关于根据上述本实施例的分析结果的各元素的检测临限,其与借由以往的非破坏性分析装置进行分析时进行比较。本实施例中,对每次滴入 $5\mu\text{L}$ 的 $10\text{ppb}(\text{ng/mL})$ 的各金属元素来强制地污染的基板进行分析者,该溶液中所包含的金属原子数,例如为Fe时,约为 5E+11 atoms 。在此,全反射荧光X射线分析装置的检测临限约为 1E+11 atoms/cm^2 ,由于测定部的面积为 1cm^2 ,故与强制污染的 $5\mu\text{L}$ 的污染液(1液滴)几乎相同,从本实施例的分析基板中难以检测出Fe原子。相对于此,本实施例中,如图4的ICP-MS结果所示般可检测出Fe原子,根据测定的ICP-MS的脉冲强度所算出的检测临限,于 $5\mu\text{L}$ 的液滴中约为 5E+6 atoms 。借由缩小喷嘴的直径并进一步缩小与晶圆的接触面积,可检测出更微量的元素。如此,于本实施例的结果中,检测感度较使用全反射荧光X射线分析装置时更高,例如为Fe时检测感度约高出4位数。

[0060] [产业上的可应用性]

[0061] 根据本发明,可使ICP-MS所进行的局部分析予以自动化,并且可连续地自动分析相邻接的多个既定区域。因此,即使是基板表面的污染量为微量的杂质元素,也甚至可特定出存在位置及元素的种类。具体而言,根据本发明,可分析 10^5 至 10^7atoms/cm^2 的元素。此外,可较以往更减少分析液量,而实现高精度的元素分析。

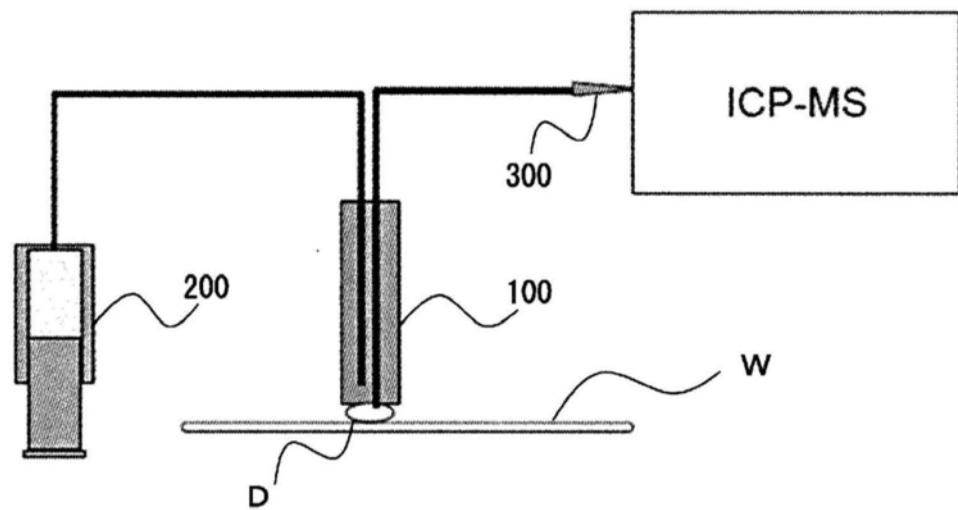


图1

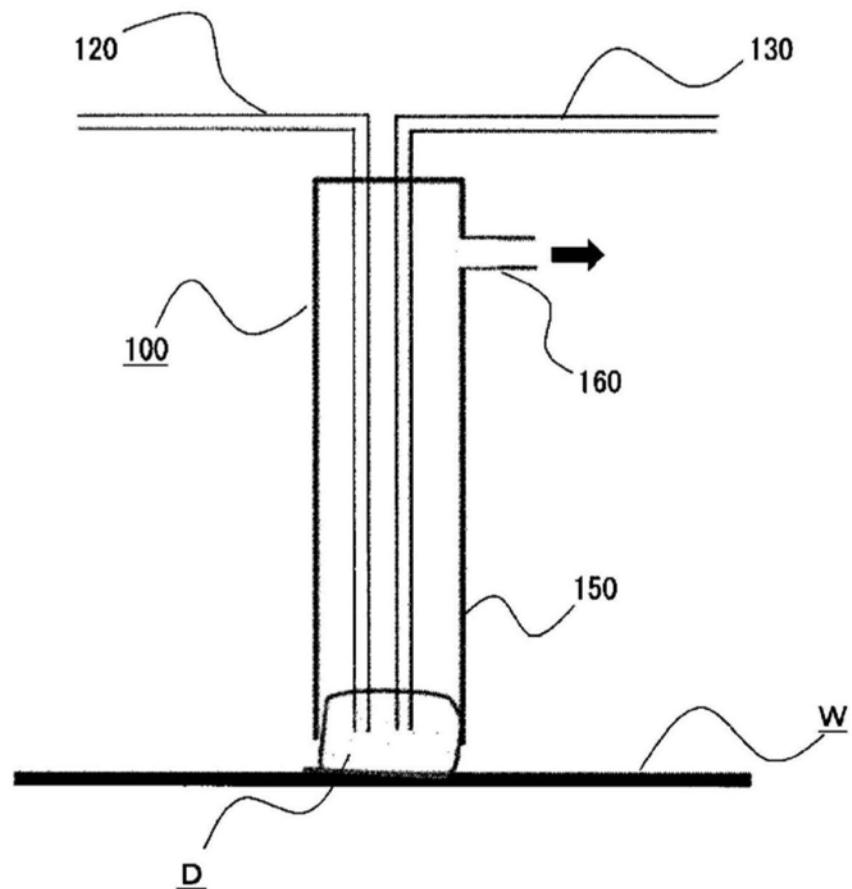


图2

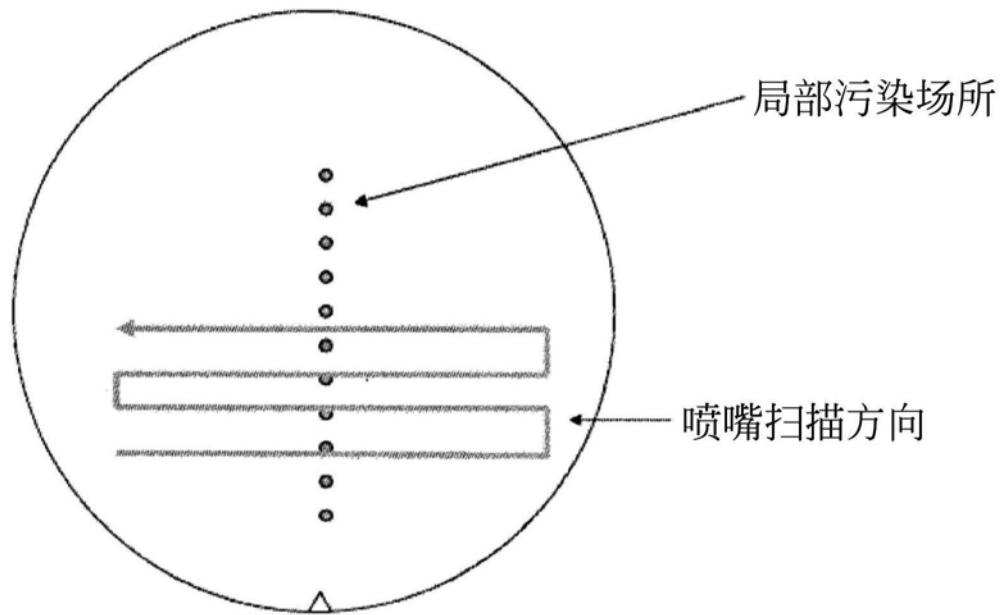


图3

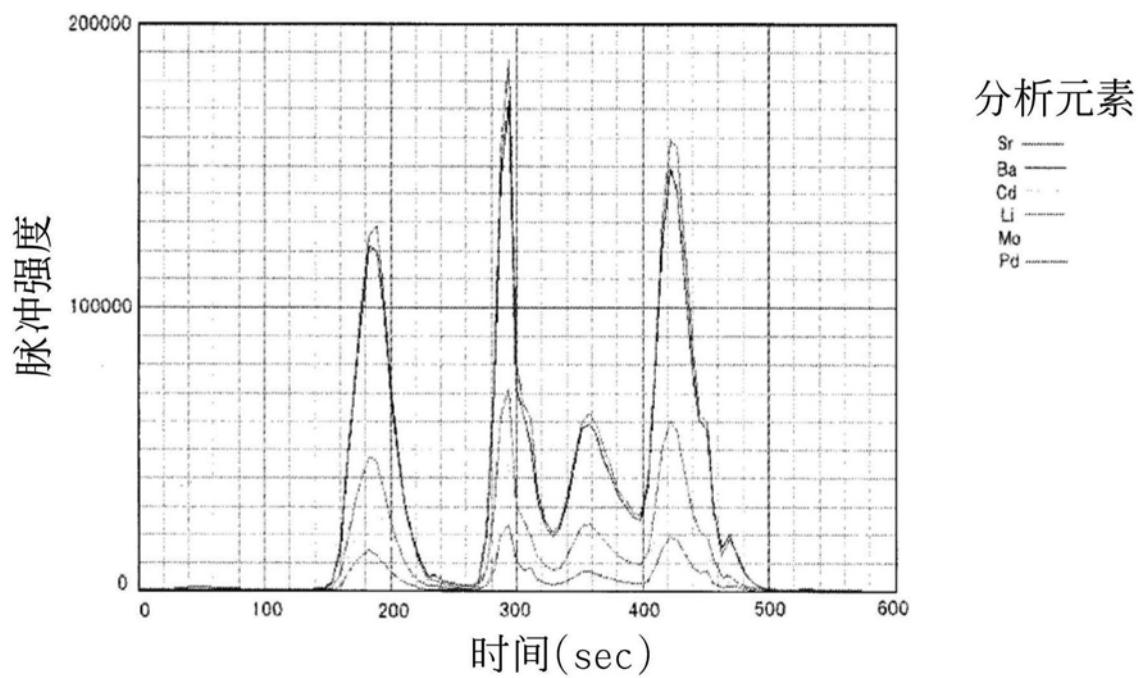


图4

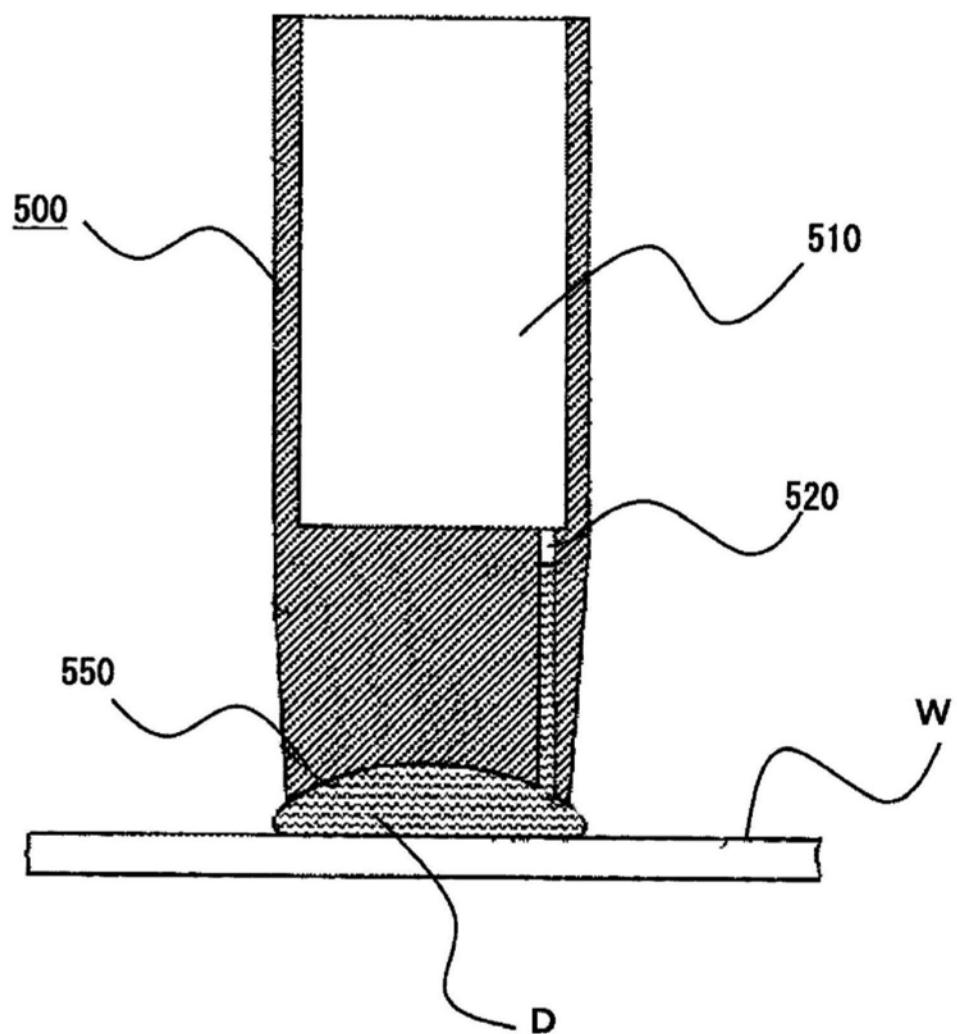


图5