

BeNano 180 Zeta Max によるシリカ研磨スラリーの濃度測定



1. 概要

シリカ研磨スラリーは半導体産業において不可欠な成分であり、その濃度はコーティング、エッチング、成膜などの主要プロセスに大きな影響を与えます。スラリー濃度の正確な測定は、粒子分散と全体的な溶液性能を最適化しながら、プロセスの安定性と信頼性を維持するために極めて重要です。濃度が高すぎると粒子が凝集し、分散安定性が低下することがあります。逆に、濃度が不十分だと、膜の被覆が不十分になり、プロセス品質が低下する可能性があります。



粒子濃度の測定には、光散乱法、光遮蔽法、電気抵抗法など、いくつかの手法があります。Bettersize 社が設計したナノ粒子径・ゼータ電位測定装置 BeNano 180 Zeta Max は、独自の LEDLS（光減衰-動的光散乱）アプローチを採用しています。この手法により、幅広い粒子径範囲にわたって粒子の体積分率と個数濃度を正確に測定できます。革新的な手法である LEDLS は、測定前のトルエンでの校正を不要にし、操作を簡素化し、単角濃度測定をサポートします。

本稿では、BeNano 180 Zeta Max を用いて、シリカ研磨スラリーの粒子径と濃度の特性評価について説明します。

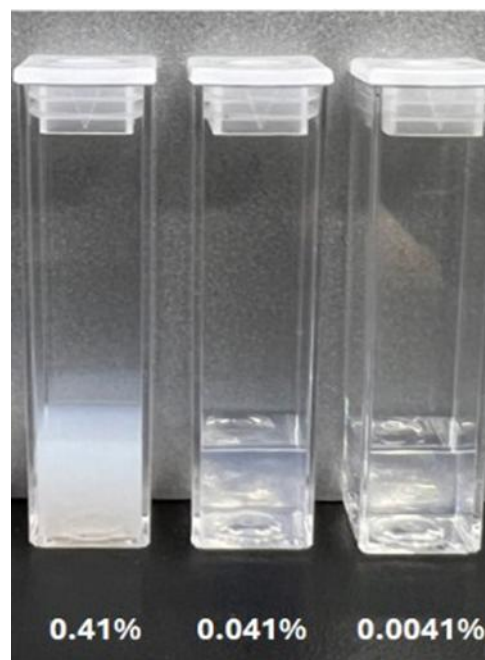
2. 測定

BeNano 180 Zeta Max は、高性能レーザーを搭載しており、サンプルセル内のサンプルを照射します。散乱光は APD 検出器を用いて 173°の角度で収集されます。さらに、0°に配置されたフォトダイオード検出器が透過光強度を測定します。測定には使い捨ての PS キュベットを使用しました。

シリカ粒子の光学パラメータとして、屈折率 1.45、吸光度 0.0001 を使用しました。各サンプルを 3 回測定し、平均結果を記録しました。



↑図 1. 70℃で 3 時間乾燥する前(左)と後(右)のシリカスラリー

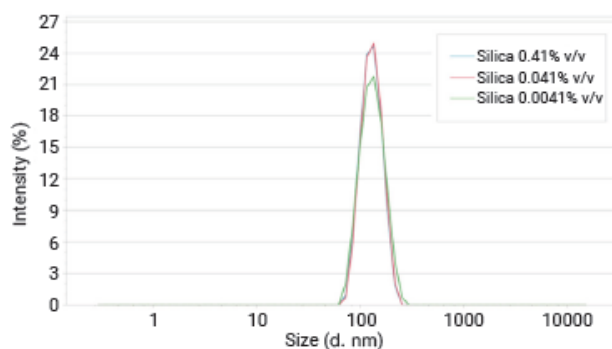


↑図 2. 異なる濃度のシリカ研磨スラリー

シリカ研磨スラリーは水とシリカの混合物です。シリカの理論的な体積分率を決定するために、溶液 1 mL を清浄なアルミホイルシート上に置き、最初の総質量は 1561.5 mg でした。サンプルは、質量が安定し、水分が完全に蒸発したことを示すまで、70 °C のオープンで 3 時間乾燥させました。最終的な質量は 972.3 mg でした。したがって、サンプル 1 mL には 0.5892 mL の水と 0.4108 mL のシリカが含まれており、理論的なシリカ体積分率は 41 % となります。

10 mM NaCl を希釈液として、異なる理論濃度のシリカ溶液を調製しました。溶液は 100 倍 (0.41 % v/v) 、1000 倍 (0.041 % v/v) 、10000 倍 (0.0041 % v/v) に希釈しました。粒子径は動的光散乱 (DLS) を用いて測定し、濃度は LEDLS を用いて測定しました。

3. 結果



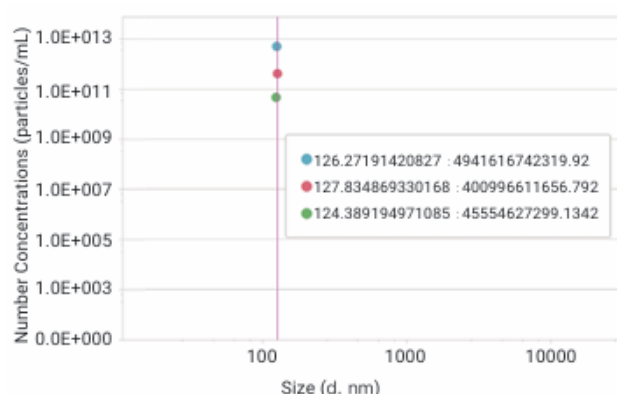
↑図 3. 異なるシリカ濃度に対する粒子径分布曲線

BeNano 180 Zeta Max を用いて、シリカ球の粒子径を評価しました。図 3 は、異なる濃度における強度分布曲線を示しています。データは単一ピークの分布を示しており、希釈にかかわらず粒子径が変化しないことを示し、これにより試料の安定性を確認しました。

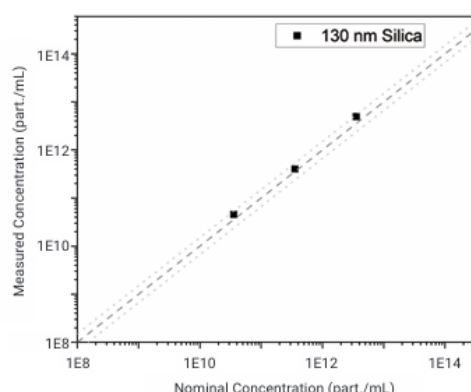
Sample	Theoretical Volume Fraction	Z-Average (nm)	PDI
Silica Slurry	0.41%	130.26	0.008
	0.041%	133.27	0.048
	0.0041%	128.95	0.005

↑表 1：異なる濃度のシリカスラリーの DLS 測定データ

表 1 は、異なるシリカ濃度における Z 平均粒子径と多分散指数（PDI）をまとめたものです。平均粒子径は 130 nm、PDI は 0.05 未満であり、全ての濃度において狭い単分散分布を示しています。



↑図 4. シリカの粒子数濃度測定値



↑図 5. 理論上のシリカ濃度と測定値の比較。
点線は 1.5 倍の偏差を表す。

シリカ濃度は BeNano 180 Zeta Max を用いて測定しました。図 4 は、130 nm シリカ球の異なる希釈度における粒子数濃度を示しています。X 軸は動的光散乱（DLS）法で測定した体積加重粒子径、Y 軸は LEDLS 法で測定した個数濃度を示しています。理論上の体積分率は 0.41 %、0.041 %、0.0041 %で、理論上の個数濃度はそれぞれ 3.56E+12 個/mL、3.56E+11 個/mL、3.56E+10 個/mL に相当します。LEDLS 測定の結果、体積分率はそれぞれ 0.4289 %、0.0373 %、0.0038 %、個数濃度はそれぞれ 4.94E+12 個/mL、4.01E+11 個/mL、4.56E+10 個/mL でした。測定値は希釈倍数と強い直線相関を示し、ほぼ 10 倍の比率を維持しました。

粒子濃度測定に適した粒子径と濃度範囲は、粒子径と光学特性の両方に依存します。通常、100 nm から 400 nm の範囲の粒子では、より広い濃度測定範囲が得られます。図 5 は、130 nm のシリカ球の場合、測定値が 1E+10 から 1E+12 個/mL の範囲で理論濃度とほぼ一致することを示しています。



↑ BeNano 180 Zeta Max

【結論】

このアプリケーションノートでは、LEDLS 法を用いたシリカ研磨スラリー濃度測定における BeNano 180 Zeta Max の有効性について説明しました。LEDLS 法は、サンプル調製を簡素化し、迅速な測定を可能にし、一貫性と信頼性の高い結果をもたらします。130nm のシリカ粒子の場合、最適濃度範囲内で測定値は理論予測とほぼ一致し、この方法の精度と信頼性を実証しました。



粒子径・ゼータ電位・分子量測定装置 BeNano シリーズ

[BeNano シリーズ](#)は光散乱法により、粒子径、ゼータ電位、分子量、マイクロロロジーを評価することが可能です。後方光散乱光検出技術や光散乱位相解析技術などの技術により、高精度な測定を可能としております。

ご要望に応じて、粒子径測定のみ、ゼータ電位測定のみなどのモデルもご用意がございます。

【新商品】BeNano 180 Zeta Max

新商品の BeNano 180 Zeta Max は、光散乱法と透過法を組み合わせた最先端のナノ粒子分析装置です。粒子サイズ、濃度、ゼータ電位、分子量、屈折率、レオロジー特性など、あらゆる測定をコンパクトな単一システムで実現します。

特徴と利点：

- 後方散乱動的検出技術
- 光散乱位相解析技術 PALS
- 自動 pH 滴定・脱気装置
- 新型 0°検出モジュール
- 超微量サンプル対応
- 選択可能な相関器
- GPC・SEC・FFF 装置と併用可能
- 規格準拠

<お問い合わせ>

[ホームページ](#)よりお問い合わせください。

Bettersize Instruments 社 日本代理店

Sanyo Trading

三洋貿易株式会社

〒101-0054 東京都千代田区神田錦町 2-11

TEL: 03-3518-1196 FAX: 03-3518-1237

Email: info-si@sanyo-trading.co.jp

<http://www.sanyo-si.com>