

液晶ディスプレイ製造工程における発塵源データベース

Database to Trace Particles Causing Defects in Liquid Crystal Display Process

伊藤 真穂
M. Itô

西村 絵里子
E. Nishimura

宍戸 智子
S. Shishido

液晶ディスプレイ (LCD) の製造工程では、微小なダストによる点・線状欠陥などの画像不良が歩留り低下の原因となっている。歩留りを向上させるには、発塵(じん)源を明らかにして対策することが有効である。これを効率よく行うためにフーリエ変換型顕微赤外分光分析法 (μ FT-IR) のデータベースを構築した。

あらかじめ工程内で発塵源となりうる物質を μ FT-IR で分析して、得られたスペクトルをデータベース化する。この中から、実際の不良原因となった微小異物のスペクトルと合致するものを検索、照合することにより、材質だけでなく、発塵源を迅速に特定できる。データベースを利用することにより、工程の改善を効果的に行った。

Extreme cleanliness is essential during the production of liquid crystal displays, and production yields are lowered in many cases by small defects caused by minute particles. To prevent such defects, it is desirable to trace these particles. Microscopic Fourier-transform infrared spectroscopy (μ FT-IR) is a useful means of obtaining information for identifying these particles.

We constructed a database containing the spectra of various materials used in clean rooms. By comparing a μ FT-IR spectrum of an actual sample of a defect-causing particle with the reference spectra stored in the database, it is possible to identify the material and to efficiently determine the origin of the sample.

1 まえがき

当社の LCD 事業はこの 10 年間にわたり、開発試作に始まって、ディスプレイテクノロジー社 (当社と日本アイ・ピー・エム(株)との合弁会社) での量産、高精細・大型化と順調に展開を続けている。この中で歩留り向上は一貫した課題であった。

LCD の高精細・大型化が進むほどダストや不純物などのコンタミネーションが歩留りに与える影響は大きくなる。したがって、歩留りの向上はダストを“出さない”、“付けない”、“付けたらとる”、の三つの観点から総合的なクリーン化技術として取り組む必要がある⁽¹⁾⁽²⁾。具体的にはダストを“出さない”ユーティリティ、クリーンメカ、“付けない”環境としてクリーンルーム、“付けたらとる”技術としての洗浄などである。この中でダストを“付けない”のアプローチとしては、マイクロ分析により不良の原因となっているダストの材質と発塵源を明らかにして、工程改善へフィードバックすることが効果的である。

2 LCD における不良

LCD では、アクティブマトリックス型 (TFT) LCD、単純マトリックス型 (STN) LCD とともに、パネルを組立て、液晶

を注入するセル工程がある。セル工程では、白点や黒点、輝点などの外観異常、ギャップ不良、ポリイミド (PI) 配向膜印刷版へのダストの持込みによる転写不良など、LCD 特有の画像不良が多い。

これらの不良原因となるダストで、無機物としてはステンレスなどの金属屑(くず)がある。しかし、大半はポリアミド(皮膚)、セルロース、ポリ塩化ビニル、アクリルなどの有機物のダストである。また、有機物のダストは単にギャップ不良などの物理的不良の原因となるだけでなく、その溶出物が配向膜や液晶に影響して配向不良などを引き起こすこともある。このため、これら有機物発塵源への対策が歩留まり向上のために特に重要となる。

3 分析の手法と問題点

ダストを原因とする不良対策へのアプローチは、分析によって微小異物の材質を明らかにしたり、どのようなダストが発生する環境なのか、そのダストが基板上でどのような現象を起こすのか関連づけて考えることが一般的に行われている。このうち、分析は顕微鏡による形態観察やオージェ電子分光分析法 (AES) による元素分析、 μ FT-IR による化学構造分析などを組み合わせて行う。

大きさが10~100 μm 程度の微小有機物は、 $\mu\text{FT-IR}$ での分析が効果的であり、このスペクトルの解析により、材質を同定できる。しかし、 $\mu\text{FT-IR}$ の問題点としては以下のものが挙げられる。

- (1) 複雑なスペクトルから化合物を同定するには、知識と経験が必要である。
- (2) 微小物の場合、一般にスペクトルが明瞭(りょう)でなく同定が困難である。
- (3) 不良原因異物の材質が同定できても、クリーンルーム内に無数にある有機物の中には類似構造をもつものも多く、どれが発塵源かを特定することは困難である。

これに対して、AES分析は水素以外の全元素を1~0.1%まで分析できる表面分析手法である。AES分析では有機物の詳しい情報は得られないが、 $\mu\text{FT-IR}$ で分析できないような、厚い有機物上において、かつ単離が困難な異物や1~10 μm 程度の微小なものが分析できる。

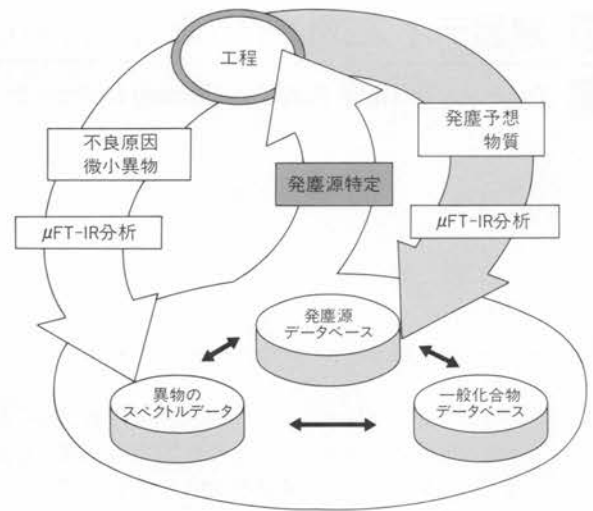


図1. データベースを利用した発塵源の特定 タストとなりうる物質のデータベースを利用して、迅速に発塵源を特定する。

Database containing information on materials that can form particles in clean rooms

4 発塵源データベースの構築

4.1 発塵源データベースの目的

$\mu\text{FT-IR}$ を有効に利用し、不良原因の解析をシステムティックに、かつ能率的に行う目的で発塵源データベースを構築した。

クリーンルーム内では、作業員、LCDの構成材料、製造装置、清掃用具などが発塵源となる可能性がある。この発塵源データベースは、これらを構成する各種の有機物の部材からあらかじめサンプリングした物質を $\mu\text{FT-IR}$ で分析し、それらのスペクトルをデータベース化したものである。

実際に不良の原因となった微小異物を分析する際、データベース化された情報があることで、以下の点で効果がある。

- (1) 材質と発塵源を同時に知ることができる。あるいは、材質が同定できなくても発塵源を明らかにできる。
- (2) 類似の物質でも、添加剤を含んでいることなどが多く、それによるスペクトルの違いから発塵源を特定できる。
- (3) 分析後ただちに発塵源の特定から対策へと対応できる。

さらに、AESで有機物を判別することは、あまり一般的には行われていないが、 $\mu\text{FT-IR}$ を補完する目的でスペクトル情報をデータベース化した。 $\mu\text{FT-IR}$ 発塵源データベースを、単独またはAESと併用して用いることにより、効果的に発塵源対策を行うことができる。

4.2 データベースの概要

データベースの作成とそれを利用して、発塵源を特定するまでの流れを図1に示す。

装置は、 $\mu\text{FT-IR}$ (BIO-RAD社製FTS-60, UMA-300)とFT-IRデータベースソフトウェア(サドラー社製)を搭載したJ-3300をリンクさせたものを用いた。

発塵源データベースの作成にあたって、まず発塵予想物質

表1. 発塵源データベースに登録した部材の例

Materials stored in $\mu\text{FT-IR}$ database

アクリル系		軟質ポリ塩化ビニル系	
カバー塗料	印刷機カバー露光機塗料	カバー塗料ほか	ローダカバー配管塗料 台車ダンパ手袋
ポリウレタン系			
塗料ほか	洗浄機カバー窒素配管		

をサンプリングし、 $\mu\text{FT-IR}$ 分析し得られたスペクトルにより材質を決定した。この際、データベースソフトウェアに入っている一般化合物12,000種のデータベースを材質の決定に利用できる。そして、発塵源がわかるようなサンプル名、採取場所、材質、測定日の情報とともにスペクトルを登録した。

データとして登録した部材を材質で分類した例を表1に示す。クリーンルーム内の有機物を網羅するために、データ数は250件以上にのぼる。また、工程の変更に合わせてデータも更新している。

発塵源データベースへ登録した例として、製造装置のカバーのスペクトルを図2(a)に示す。一般化合物データベースを検索した結果、図2(b)とほぼ合致し、材質はポリ塩化ビニルと同定した。図2(a)の波数1,730 cm^{-1} に添加剤由来と思われる特徴的なピークがあり、このピーク位置、強度を利用して、手袋など他のポリ塩化ビニルと区別できる。

AESのデータベースはAES(日本電子製, JAMP-10SX)で測定したスペクトルと元素組成比をリスト登録する方式で、配向膜PI, レジストなど $\mu\text{FT-IR}$ 分析で同定が難しい材料17種のデータがある。また、部材の形状がフィルムか、パーティクルかの違いやエッチング時間など、測定条件により検出組成が変化するものがあることも確かめられた。これらの情

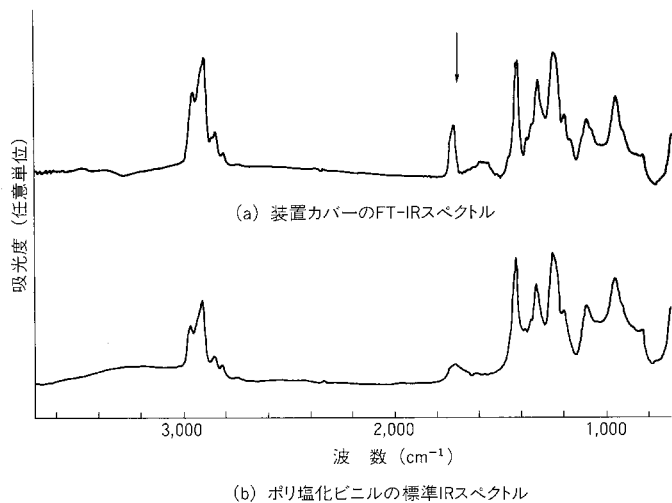


図2. データベースの検索結果 装置カバーのFT-IR スペクトルとデータベースから検索されたポリ塩化ビニルのスペクトル。
 μ FT-IR spectrum of machine cover material and μ FT-IR spectrum retrieved from database

報をデータベース化とすることで、この違いから材質を同定することができる。

5 発塵源データベースの応用事例

発塵源データベースの特徴を利用した三つの事例と、効果的に工程改善に結び付けた例を述べる。

5.1 スペクトルが類似した物質の判別

発塵予想物質に IR スペクトルが類似したものが多い場合、発塵源の特定が難しい。しかし、これらのスペクトルには微妙な違いがある。あらかじめこの違いを把握しておき、ピー

ク位置、強度などを詳細に比較することにより、発塵源の特定は可能になる。例えば、クリーンルーム内でセルロースは多種類用いられている。白点不良原因となったセルロースの IR スペクトルとデータベース中のスペクトルを比較した結果を図3に示す。異物(図3(a))の発塵源は $1,100\text{cm}^{-1}$ 、 $1,420\text{cm}^{-1}$ の鋭いピークから記録紙(同(c))と特定し、異物(同(b))はこれらのピークが小さいことから無塵紙(同(d))と特定できた。

5.2 重なったピークの分離

μ FT-IR で、不良原因の異物をそのまま分析しただけでは、他の物質の情報に隠れて同定が困難な場合がある。

この発塵源データベースではスペクトルのピークを指定して検索することができる。例えば、配向膜 PI 上の微小異物を下地膜の反射を利用して測定する場合、異物のピークに PI のピークが重なり同定が難しい。白点不良部の微小異物の IR スペクトルを図4に示す。斜線で示した PI のピークを除いて検索した結果、アクリルと同定でき、さらに塗料からの発塵であることがわかった。

5.3 AES を併用した判別

AES 分析を併用すると、 μ FT-IR を補完する情報が得られる。例えば、白点不良原因の微小異物から PI のものと似た不明瞭な IR スペクトルが得られた。配向膜の PI と一部の基板カセット材に使用されているポリエーテルイミドのスペクトルは共通したピークをもっている。このため、異物が微小でスペクトルが不明瞭でない場合、判別が困難である。しかし、配向膜 PI を AES で深さ方向にエッチングしながら、炭素(C)、窒素(N)、酸素(O)の表面原子濃度を測定すると、各元素の表面原子濃度が図5に示すように深さ方向で変化する。このため、組成比が変化しないポリエーテルイミドと区別するこ

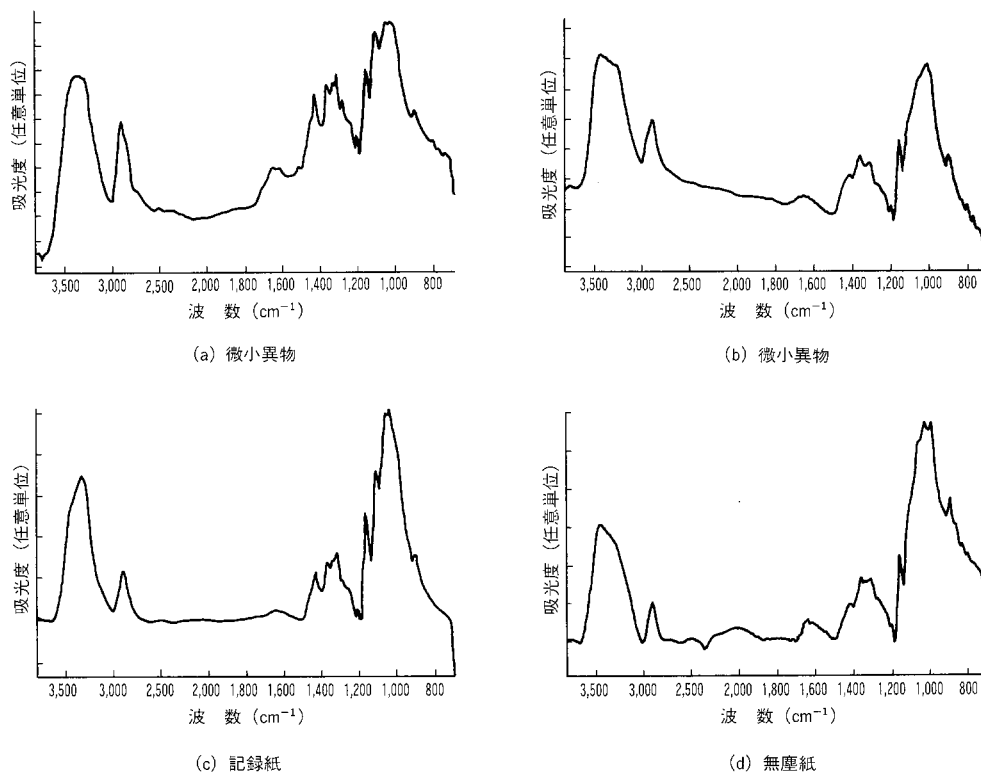


図3. 白点不良部分の FT-IR スペクトル
 白点不良原因の微小異物のセルロースのスペクトルとデータベースで検索した発塵源。
 Cellulose spectra of bright-point defects and their origins

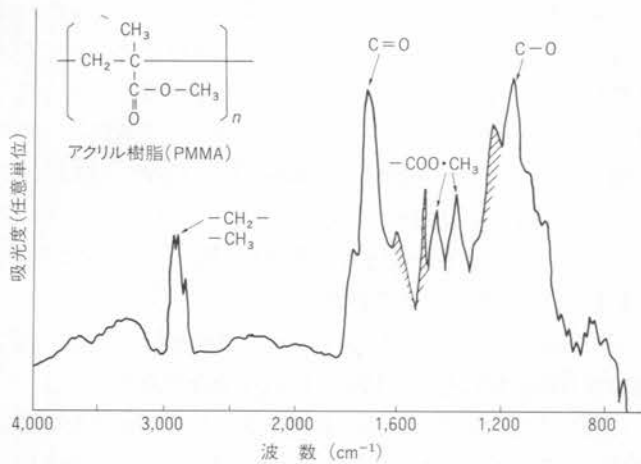


図4. μ FT-IRによる白点不良部分の微小異物分析 ポリイミド上の微小異物のFT-IRスペクトルを示す。

μ FT-IR spectrum of defect-causing particle

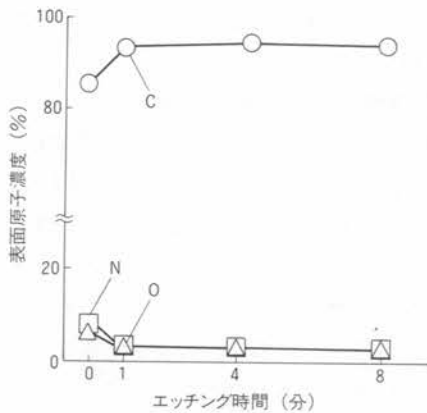


図5. 配向膜ポリイミド表面原子濃度のエッチング時間による変化
配向膜ポリイミドをエッチングすると、表面原子濃度が深さ方向で変化する。

Dependence of surface atomic concentration on alignment layer etching time

とができた。

このように、 μ FT-IRだけでは判別が困難な物質の分析にAESによる深さ方向の分析を利用して、効果的に材質を同定できた例も多い。

5.4 発塵源データベースの利用による工程改善

STN-LCDの画像不良を分析し、工程改善につなげた例をまとめて以下に述べる。

画像不良となったLCDパネルの不良箇所131個の微小異物の分析を試みた。主な不良項目は白点不良(77個)、黒点不良(30個)、配向膜PIの斑点(9個)である。LCDパネルを分解し、この不良部分の核となっている微小異物を分析、データベースで検索することにより、材質の同定と発塵源の特定を行った。その結果、微小異物の多くがポリアミド(皮膚)、PI、アクリルと同定された。

このようにデータベースを用いることで、100個以上の多くの異物の同定と発塵源の特定を迅速に行い、その結果、表2に

表2. 不良原因微小異物の発塵源と対策例

Origins of defect-causing particles and examples of countermeasures

微小異物の分析結果	発塵源	対 策
ポリイミド	配膜材料	ポリイミド焼成炉内の清浄度チェック
アクリル	装置カバー、塗料	清浄度チェック
ポリフェニルスルフィド(PPS)	カセット	<ul style="list-style-type: none"> カセットの材質を変更(PPS製→ポリエーテルイミド製) カセットの設計を変えステンレス、ふっ素樹脂製に変更 カセットの洗浄
セルロース	紙製ぞうきん	使用廃止
ポリアミド、セルロース	皮膚、衣服	排気方法の改善

例をあげたような、歩留り向上対策につなげることができた。また、ポリアミド(皮膚)やセルロースのように作業者に起因するダスト対策として、製造ラインの排気方法の検討と改善などが行われた。

6 あとがき

発塵源データベースを活用することで μ FT-IRやAESによる分析を有効に利用し、工程改善、歩留り向上へとつなげることができた。しかし、最近ではこれらの分析手法では解析しきれないような表面汚染や $10\mu\text{m}$ 以下の微小異物による不良の発生が明らかになってきている。

このため、より微小な異物に対応できる分析手法の開発や、IRジョンソン法⁽³⁾、X線光電子分光分析法、二次イオン質量分析法などの表面分析と組み合わせた分析手法の開発に取り組み、これらのデータベース化を図っていく必要がある。

文 献

- (1) 木下正治：液晶ディスプレイ製造におけるクリーンテクノロジー，クリーンテクノロジー2，10，pp.22-27(1992)
- (2) 片岡好則，他：洗浄技術，フラットパネルディスプレイ'91 pp.160-166(1991)
- (3) 向井喜一郎，他：IRジョンソン法による液晶ディスプレイの不良解析，東芝レビュー48，11，pp.847-850(1993)



伊藤 真穂 Mao Itô

1990年入社。薄膜プロセスの開発に従事。現在、生産技術研究所薄膜プロセス研究部。
Manufacturing Engineering Research Center



西村 絵里子 Eriko Nishimura

1984年入社。表面分析技術の開発に従事。現在、生産技術研究所薄膜プロセス研究部。
Manufacturing Engineering Research Center



尖戸 智子 Satoko Shishido

1990年入社。薄膜プロセスの開発に従事。現在、生産技術研究所薄膜プロセス研究部。
Manufacturing Engineering Research Center