

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6311446号  
(P6311446)

(45) 発行日 平成30年4月18日(2018.4.18)

(24) 登録日 平成30年3月30日(2018.3.30)

|               |               |
|---------------|---------------|
| (51) Int.Cl.  | F 1           |
| H 01 L 21/304 | (2006.01)     |
| C 30 B 29/06  | (2006.01)     |
| C 30 B 33/10  | (2006.01)     |
| B 24 B 49/10  | (2006.01)     |
| B 24 B 49/16  | (2006.01)     |
|               |               |
|               | HO 1 L 21/304 |
|               | C 30 B 29/06  |
|               | C 30 B 33/10  |
|               | HO 1 L 21/304 |
|               | B 24 B 49/10  |

請求項の数 2 (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-103609 (P2014-103609)  
 (22) 出願日 平成26年5月19日 (2014.5.19)  
 (65) 公開番号 特開2015-220370 (P2015-220370A)  
 (43) 公開日 平成27年12月7日 (2015.12.7)  
 審査請求日 平成29年2月14日 (2017.2.14)

(73) 特許権者 302006854  
 株式会社 S U M C O  
 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
 (74) 代理人 110000637  
 特許業務法人樹之下知的財産事務所  
 (72) 発明者 杉森 勝久  
 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社  
 S U M C O 内  
 (72) 発明者 小佐々 和明  
 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社  
 S U M C O 内

審査官 宮久保 博幸

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】シリコンウェーハの製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

仕上げ研磨工程と、前記仕上げ研磨工程を終えたウェーハを洗浄する洗浄工程とを含むシリコンウェーハの製造方法であつて、

前記仕上げ研磨工程では、スエードの研磨布を用い、動的摩擦力が  $0.017 \text{ N/cm}^2$  以上となるように研磨条件を制御し、

前記洗浄工程では、フッ化水素を含む洗浄液による洗浄が少なくとも行われ、

前記洗浄工程を終えた直後のウェーハ表面における水素終端率が 87% 以上となるよう前記洗浄工程における洗浄条件を制御し、

前記ウェーハ表面のヘイズ値を 20 ppb 以下にすることを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。 10

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載のシリコンウェーハの製造方法において、

前記フッ化水素を含む洗浄液による洗浄は、濃度が 1.3 質量 % 以上のフッ化水素を含む洗浄液により行われることを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、シリコンウェーハの製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

近年、半導体デバイスの高集積化の要求に伴い、シリコンウェーハに対しても厳しい表面特性が要求されるようになってきている。

一方で、シリコンウェーハの表面には、ヘイズと呼ばれる数～数十nmの波長を有する表面粗さが残存している。ウェーハ表面にヘイズが残存していると、パーティクル数を計測するパーティクルカウンターがヘイズをパーティクルと認識してしまう。このため、シリコンウェーハの表面のヘイズ値を低減することが求められている。

## 【0003】

上記問題を解決する方策として、粗研磨と仕上げ研磨と洗浄工程とを有し、洗浄工程においてエッティング代を0.2～1nmとする化学的洗浄を行う半導体ウェーハの製造方法が記載されている（特許文献1）。特許文献1では、アンモニア及び過酸化水素を含む水溶液による化学的洗浄が行われている。特許文献1によれば、ウェーハ表面に付着した例えば47nm以上のサイズのパーティクルを確実に計測できる程度にヘイズレベルを改善できる。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0004】

## 【特許文献1】国際公開第2006/035865号明細書

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

しかしながら、シリコンウェーハの高清浄性の要求に伴い、より微小な粒径のパーティクルを計測する必要性から、上記特許文献1に記載のヘイズレベルでは十分とはいえず、更なるヘイズレベルの低減が求められている。

## 【0006】

本発明の目的は、表面のヘイズ値を20ppb以下にまで低減させたシリコンウェーハの製造方法を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明のシリコンウェーハの製造方法は、仕上げ研磨工程と、前記仕上げ研磨工程を終えたウェーハを洗浄する洗浄工程とを含むシリコンウェーハの製造方法であって、前記仕上げ研磨工程では、スエードの研磨布を用い、動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>以上となるように研磨条件を制御し、前記洗浄工程では、フッ化水素を含む洗浄液による洗浄が少なくとも行われ、前記洗浄工程を終えた直後のウェーハ表面における水素終端率が87%以上となるように、前記洗浄工程における洗浄条件を制御し、前記ウェーハ表面のヘイズ値を20ppb以下にすることを特徴とする。

## 【0008】

本発明によれば、仕上げ研磨工程は、動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>以上となるように行われる。仕上げ研磨時の動的摩擦力を上記範囲内にすることで、研磨温度が低下されるため、研磨時における化学的な反応を起因とする面荒れが抑制される。また、本発明によれば、洗浄工程を終えた直後のウェーハ表面における水素終端率が87%以上となるように、洗浄工程における洗浄条件を制御する。洗浄工程における洗浄条件を制御することで、ウェーハ表面の水素終端率を87%以上とことができる。ウェーハ表面の水素終端率が87%以上であれば、表面のヘイズ値を20ppb以下にまで低減させたシリコンウェーハが得られる。このような性質を有するシリコンウェーハでは、ヘイズによる誤認識を生じさせることなく、少なくとも20nmのサイズのパーティクルを確実に計測できる。更に、例えば20nm以下のより微小な粒径のパーティクルの検出も可能となる。

## 【0009】

## &lt;水素終端率の定義&gt;

水素終端率は、洗浄工程直後のシリコンウェーハの表面について、X線光電子分光（X

10

20

30

40

50

PS : X-ray Photoelectron Spectroscopy) 装置を用いて XPS 強度を測定し、この XPS 強度の最大値の割合から算出することができる。具体的には、水素終端率は、下記式 (F1) に基づいて算出される。

## 【0010】

## 【数1】

$$\text{水素終端率(%)} = 100 \times \frac{(A+B)}{(A+B+C)} \quad \dots \quad (F1)$$

10

## 【0011】

但し、上記 (F1) 中の A はシリコンの結合エネルギーピーク位置における強度 (最大値)、B はシリサイドの結合エネルギーピーク位置における強度 (最大値)、C はシリカの結合エネルギーピーク位置における強度 (最大値) を示す。

なお、シリコンの結合エネルギーピーク位置は 98.8 eV ~ 99.5 eV 程度、シリサイドの結合エネルギーピーク位置は 99.4 eV ~ 99.9 eV 程度、シリカの結合エネルギーピーク位置は 103.2 eV ~ 103.9 eV 程度である。

## 【0012】

図 1 に、表面に酸化膜を有するウェーハの XPS 図を一例として示す。図 1 では、A に示す結合エネルギーピーク位置がシリコン、B に示す結合エネルギーピーク位置がシリサイド、C に示す結合エネルギーピーク位置がシリカとしてそれぞれ検出されている。

20

そして、この図 1 の各ピークにおける強度 (最大値) をそれぞれ求め、求めた各強度を基に上記式 (F1) から水素終端率を算出する。上記式 (F1) から、図 1 に示す、ウェーハの水素終端率は 60% 程度と算出される。

## 【0013】

本発明のシリコンウェーハの製造方法では、前記フッ化水素を含む洗浄液による洗浄は、濃度が 1.3 質量 % 以上のフッ化水素を含む洗浄液により行われることが好ましい。

本発明によれば、フッ化水素を含む洗浄液による洗浄は、濃度が 1.3 質量 % 以上のフッ化水素を含む洗浄液により行われることが好ましい。上記濃度に調整された洗浄液による洗浄を実施することで、ウェーハ表面から、水素終端とならない元素を効率的に除去できる。

30

## 【0015】

## &lt;動的摩擦力の定義&gt;

動的摩擦力は、図 2 に示すような摩擦力測定装置 2 により、仕上げ研磨時の、接線方向における引張り力を計測し、下記式 (F2) に基づいて算出される。

## 【0016】

## 【数2】

$$\text{動的摩擦力(N/cm}^2\text{)} = \frac{\text{接線方向における引張り力(N)}}{\text{定盤とのウェーハの接触面積(cm}^2\text{)}} \quad \dots \quad (F2)$$

40

## 【0017】

図 2 に摩擦力測定装置 2 を示す。この摩擦力測定装置 2 は、回転可能な定盤 21 と、ヘッド 22 と、研磨液供給手段 (図示略) と、ガイド 23 と、ロードセル 24 と、計測装置 25 とを有している。

## 【0018】

定盤 21 は、大きな円板であり、その底面中心に接続されたシャフト 211 によって回転するように構成されている。また、定盤 21 の上面には、研磨布 212 が貼付けられている。

ヘッド 22 は、定盤 21 の上方に配置されている。このヘッド 22 は、一般的な片面研磨装置の加圧ヘッドとは異なり、回転はできないように構成されている。

50

また、摩擦力測定装置 2 のヘッド 2 2 の大きさは、仕上げ研磨工程で使用される研磨装置の加圧ヘッドよりも小さくなるように設定されている。摩擦力測定装置 2 による測定時には、定盤 2 1 が回転し、ヘッド 2 2 に対して横方向の引っ張り力が発生するが、この横方向の引っ張り力は測定誤差になる。このため、摩擦力測定装置 2 のヘッド 2 2 の大きさを、仕上げ研磨工程で使用される研磨装置の加圧ヘッドよりも小さくなるように設定することで、横方向の引っ張り力による影響を抑制することができる。

また、摩擦力測定装置 2 のヘッド 2 2 の形状は、仕上げ研磨工程で使用される研磨装置の加圧ヘッドと略同一形状に設定されている。摩擦力測定装置 2 のヘッド 2 2 の形状を、実際に使用する加圧ヘッドと略同一形状に設定することで、仕上げ研磨工程で使用される研磨装置で生じる摩擦力に近似した摩擦力を測定することができる。

ヘッド 2 2 の下面には、シリコンウェーハ W を固着するためのキャリアプレート 2 2 2 が配置されている。キャリアプレート 2 2 2 の下面には、シリコンウェーハ W をウェーハ位置決め穴 2 2 3 A で保持するテンプレート 2 2 3 が固着されている。

研磨液供給手段（図示略）は、定盤 2 1 の上方に設けられ、定盤 2 1 とシリコンウェーハ W との接触面にスラリー状の研磨液を供給するように構成されている。

#### 【0019】

ガイド 2 3 は、2枚の板状物 2 3 1, 2 3 2 からなる。なお、図 2 では、装置構成を理解しやすくするためにガイド 2 3 を点線で示している。この板状物 2 3 1, 2 3 2 は、定盤 2 1 の上方に配置されている。また、板状物 2 3 1, 2 3 2 は、定盤 2 1 の外周上の特定の点における接線の方向でヘッド 2 2 の両側面を挟み込むように配置されている。ロードセル 2 4 は、上記接線の方向に沿ってヘッド 2 2 に接続されている。また、ロードセル 2 4 と計測装置 2 5 とは電気的に接続されている。

上記構成のガイド 2 3 を備えることで、接線方向以外の方向の摩擦力が除かれることになる。このため、摩擦力測定装置 2 では、接線方向にかかる摩擦力のみをロードセル 2 4 により測定可能となる。

上記構成の摩擦力測定装置 2 で測定された摩擦力は、実際に仕上げ研磨工程で使用される研磨装置の加圧ヘッドの摩擦力に再計算される。

#### 【0020】

このように、上記構成の摩擦力測定装置 2 を使用することで、研磨装置で仕上げ研磨する際のシリコンウェーハ W に対する接線方向における摩擦力（引張り力）を測定することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0022】

【図 1】水素終端率を求めるための X 線光電子分光測定図の一例である。

【図 2】摩擦力測定装置を示す概略図であり、(A) は側面図、(B) は上面図である。

【図 3】研磨装置を示す概略図である。

【図 4】実施例 1 における洗浄工程時の HF 洗浄における HF 濃度とウェーハ表面のヘイズとの関係を示す図である。

【図 5】実施例 2 における仕上げ研磨工程時の動的摩擦力とウェーハ表面のヘイズとの関係を示す図である。

【図 6】実施例 3 における仕上げ研磨工程時の研磨液の pH とウェーハ表面のヘイズとの関係を示す図である。

【図 7】実施例 4 におけるパーティクルサイズとウェーハ表面のヘイズ値との関係を示す図である。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0023】

以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。

#### 【シリコンウェーハの製造方法】

上記本実施形態のシリコンウェーハは、以下のような工程を経て製造される。

先ず、チョクラルスキー法（CZ 法）などにより引き上げられた単結晶インゴットを、

マルチワイヤソーなどによって薄円板状に切り出してシリコンウェーハを得る。次いで、スライスされたシリコンウェーハの欠けや割れを防止するために、シリコンウェーハの角隅部などに面取りが施される。次に、面取りされたシリコンウェーハの表面を平坦化するために、ラッピングや平面研削が行われる。そして、シリコンウェーハに残留する面取り時及びラッピング時に発生した加工変質層を除去するために、エッティングによる化学研磨が行われる。

次に、エッティングされたシリコンウェーハの表裏両面が粗研磨される。粗研磨は、平坦度の調整を主目的として、両面研磨装置を用いて実施される。

#### 【0024】

##### 〔仕上げ研磨〕

10

次に、粗研磨されたシリコンウェーハの表面または表裏両面を仕上げ研磨する仕上げ研磨工程が実施される。仕上げ研磨工程は、シリコンウェーハの表面の粗さを改善することを主目的として行われる。具体的には、スエードのような軟質の研磨布と微小サイズのコロイダルシリカなどの遊離砥粒を用い、マイクロラフネスやヘイズといったシリコンウェーハの表面上の微小な面粗さのバラツキを低減するように研磨が行われる。

本実施形態の仕上げ研磨は、一般的な片面研磨装置を用いて行われる。

例えば、図3に示す研磨装置1により行うことができる。

具体的には、研磨装置1は、回転可能な定盤11と、加圧ヘッド12と、研磨液供給手段(図示略)とを有している。

定盤11は、大きな円板であり、その底面中心に接続されたシャフト111によって回転するように構成されている。また、定盤11の上面には、研磨布112が貼付けられている。

20

加圧ヘッド12は、定盤11の上方に配置されている。この加圧ヘッド12は、上面中心に接続されたシャフト121によって回転し、定盤11に対して所定の圧力で押しあてるように構成されている。加圧ヘッド12の下面には、シリコンウェーハWを固着するためのキャリアプレート122が配置されている。キャリアプレート122の下面には、シリコンウェーハWをウェーハ位置決め穴123Aで保持するテンプレート123が固着されている。

研磨液供給手段(図示略)は、定盤11の上方に設けられ、定盤11とシリコンウェーハWとの接触面にスラリー状の研磨液を供給するように構成されている。

30

#### 【0025】

本実施形態では、洗浄工程を終えた直後のシリコンウェーハの表面における水素終端率が87%以上となるように、仕上げ研磨工程における研磨条件を制御する。

制御する研磨条件としては、研磨液に含まれるシリカの濃度、研磨液のpH、研磨液の流量、研磨時における動的摩擦力、テンプレートの厚みなどが挙げられる。

上記水素終端率を達成するために、仕上げ研磨における動的摩擦力は、0.017N/cm<sup>2</sup>以上とすることが好ましい。上記範囲の動的摩擦力は、例えば、定盤回転数及び加圧ヘッド回転数を所定の回転数以上で回転させる、シリコンウェーハを保持するガイドからのシリコンウェーハの突出し量を所定の厚み以下とする、定盤に貼り付けられている研磨布の面粗さ、研磨液のpHなどを単独、或いはこれら複数を組み合わせて制御することで達成できる。

40

また研磨液のpHを10以下に制御することで、研磨時における化学的な反応を起因とする面荒れを抑制することが可能である。

#### 【0026】

##### 〔洗浄〕

更に、仕上げ研磨されたシリコンウェーハは、この仕上げ研磨工程に引き続いて洗浄工程が実施される。

この洗浄工程は、前述の仕上げ研磨工程で使用されたウェーハ表面に付着した研磨剤やパーティクルを除去することを主目的として行われる。

#### 【0027】

50

洗浄工程では、フッ化水素を含む洗浄液（以下、HF洗浄液という場合がある。）による洗浄（以下、HF洗浄という場合がある。）が少なくとも行われる。

本実施形態では、洗浄工程を終えた直後のシリコンウェーハの表面における水素終端率が87%以上となるように、洗浄工程における洗浄条件を制御する。

制御する洗浄条件としては、HF洗浄液におけるフッ酸の濃度などが挙げられる。具体的には、HF洗浄は、濃度が1.3質量%以上のHF洗浄液により行われることが好ましい。HF洗浄液の濃度の上限はより高濃度が好ましいが、実用的な観点から10質量%以下が好ましい。このうち、濃度が1.6質量%以上のHF洗浄液が特に好ましい。

#### 【0028】

洗浄工程では、複数の洗浄を組み合わせて行ってもよい。上記HF洗浄と組み合わせる洗浄としては、塩酸及び過酸化水素を含む水溶液による洗浄、オゾンを含む水溶液によるオゾン水洗浄、純水によるリーン洗浄などが挙げられる。

例えば、オゾン水洗浄とHF洗浄との繰り返しを1回以上行い、最後にリーン洗浄を実施する組み合わせが挙げられる。

#### 【0029】

洗浄工程で行われる各種洗浄は、スピニ洗浄により行うことが好ましい。スピニ洗浄は、シリコンウェーハをスピニテーブルに保持し、高速で回転させながら、その表面に洗浄液を供給するとともに、裏面には洗浄液を噴射して供給する洗浄方法である。

#### 【0030】

##### 〔シリコンウェーハ〕

本実施形態のシリコンウェーハは、仕上げ研磨されたシリコンウェーハである。そして、ウェーハ表面のヘイズ値が20ppb以下である。このような性質を有するシリコンウェーハでは、ヘイズによる誤認識を生じさせることなく、少なくとも20nmのサイズのパーティクルを確実に計測できる。更に、例えば20nm以下のより微小な粒径のパーティクルの検出も可能となる。

#### 【0031】

##### 〔実施形態の作用効果〕

上述したように、上記実施形態では、以下のような作用効果を奏することができる。

(1)洗浄工程を終えた直後のウェーハ表面における水素終端率が87%以上となるように、洗浄工程における洗浄条件、及び、仕上げ研磨工程における研磨条件をそれぞれ制御する。洗浄工程における洗浄条件、及び、仕上げ研磨工程における研磨条件をそれぞれ制御することで、ウェーハ表面の水素終端率を87%以上とすることができる。ウェーハ表面の水素終端率が87%以上であれば、表面のヘイズ値を20ppb以下にまで低減させたシリコンウェーハが得られる。

(2)洗浄工程におけるHF洗浄は、濃度が1.3質量%以上のHF洗浄液により行われる。上記濃度に調整されたHF洗浄液による洗浄を実施することで、ウェーハ表面から、水素終端とならない元素を効率的に除去できる。

(3)仕上げ研磨工程は、動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>以上となるように行われる。仕上げ研磨時の動的摩擦力を上記範囲内にすることで、研磨温度が低下されるため、研磨時における化学的な反応を起因とする面荒れが抑制される。

(4)シリコンウェーハ表面のヘイズ値が、20ppb以下である。このような性質を有するシリコンウェーハでは、ヘイズによる誤認識を生じさせることなく、少なくとも20nmのサイズのパーティクルを確実に計測できる。更に、例えば20nm以下のより微小な粒径のパーティクルの検出も可能となる。

#### 【0032】

##### 〔他の実施形態〕

なお、本発明は上記実施形態にのみ限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内において種々の改良ならびに設計の変更などが可能である。

上記実施形態では、洗浄工程では、HF洗浄が少なくとも行われることを説明したが、上記HF洗浄の他に、ウェーハ表面にブラシを摺接させてウェーハ表面の汚れを除去する

10

20

30

40

50

スクラップ洗浄を行って、ウェーハ表面の水素終端とならない元素を除去してもよい。スクラップ洗浄を併用することで、ウェーハ表面における水素終端率をより効率よく向上させることができる。またこのスクラップ洗浄は、H F洗浄の前に実施することが好ましい。

また、シリコンウェーハの水素終端率の算出では、洗浄工程を終えたシリコンウェーハのX線光電子分光装置までの搬送は、ウェーハ表面が酸素環境に暴露しないように搬送することができる。例えば、洗浄工程を実施した2枚のシリコンウェーハについて、それぞれの表面同士を重ね合わせ、その状態でX線光電子分光装置まで搬送することが好ましい。搬送時に2枚のシリコンウェーハを重ね合わせた状態にすることで、シリコンウェーハ表面は酸素環境に曝されることがない。このため、洗浄処理直後のウェーハ表面の状態を維持したまま、水素終端率の算出のための測定を実施でき、より正確な水素終端率を算出できる。

その他、本発明の実施の際の具体的な手順、及び構造等は本発明の目的を達成できる範囲で他の構造等としてもよい。

#### 【実施例】

##### 【0033】

次に、本発明を実施例及び比較例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

##### 【0034】

###### 【実施例1】

粗研磨工程を終えた直径が300mmのシリコンウェーハを用意した。用意したシリコンウェーハに対して、以下のように条件を変更して、仕上げ研磨工程を実施し、次に、仕上げ研磨工程を終えたシリコンウェーハに洗浄工程を実施した。

仕上げ研磨工程では、図3に示す研磨装置1を用い、ウェーハに対する動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>となるように研磨条件(定盤の回転数、加圧ヘッドの回転数、加圧ヘッドの押し当て圧力など)を適宜調整した。この仕上げ研磨工程では、アルカリベース水溶液にコロイダルシリカを分散させた研磨液(pH10.15)を使用した。

洗浄工程では、枚葉式のスピン洗浄装置を用い、回転させたシリコンウェーハの表面に、洗浄液を所定の流量で供給することにより、シリコンウェーハの表面を洗浄した。この洗浄工程では、最初にオゾン水洗浄液を供給するオゾン洗浄を実施した後に、フッ酸洗浄液を供給するH F洗浄を実施し、最後に純水を供給する rinsing を実施した。フッ酸洗浄液としては、H F濃度が0.7質量%、1.0質量%、1.3質量%、1.5質量%、及び1.6質量%に調整された洗浄液をそれぞれ使用した。

##### 【0035】

洗浄工程を終えたシリコンウェーハに対し、以下の水素終端率並びにヘイズ値測定を行った。表1及び図4にその結果を示す。なお、図4では、複数の測定データをそれぞれ繋いで曲線として表している。

##### 【0036】

###### 【水素終端率】

洗浄工程を終えた直後のシリコンウェーハの表面について、X線光電子分光装置を用いてXPS強度を測定し、各ピークの最大値から、上記式(1)に基づいて水素終端率を算出した。

##### 【0037】

###### 【ヘイズ】

得られたシリコンウェーハの表面のヘイズ値測定は、表面検査装置(KLA-Tencor社製、SP2)を用いたDWOモード(Dark Field Wide Obliqueモード、暗視野ワイド斜め入射モード)を使用して測定した。

##### 【0038】

10

20

30

40

【表1】

|           |     |     |     |     |     |
|-----------|-----|-----|-----|-----|-----|
| HF濃度(質量%) | 0.7 | 1.0 | 1.3 | 1.5 | 1.6 |
| 水素終端率(%)  | 74  | 83  | 87  | 90  | 92  |

## 【0039】

表1から明らかなように、洗浄工程で使用する洗浄液のHF濃度が高くなるにつれて、洗浄工程直後におけるシリコンウェーハ表面の水素終端率が高くなり、また、図4から明らかなように、シリコンウェーハ表面のヘイズ値も低下する傾向がみられた。

10

具体的には、洗浄液に濃度が1.3質量%以上のHF溶液を使用することで、洗浄工程直後におけるシリコンウェーハ表面の水素終端率が87%以上になり、また、洗浄工程を経て得られるシリコンウェーハの表面のヘイズ値を20ppb以下にまで低減できることが確認された。

## 【0040】

## 〔実施例2〕

粗研磨工程を終えた直径が300mmのシリコンウェーハを用意した。用意したシリコンウェーハに対して、以下のように条件を変更して、仕上げ研磨工程を実施し、次に、仕上げ研磨工程を終えたシリコンウェーハに洗浄工程を実施した。

仕上げ研磨工程では、図3に示す研磨装置1を用い、ウェーハに対する動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>となるように研磨条件(定盤の回転数、加圧ヘッドの回転数、加圧ヘッドの押し当て圧力など)を適宜調整した。この仕上げ研磨工程では、アルカリベース水溶液にコロイダルシリカを分散させた研磨液(pH10.15)を使用した。

20

また、研磨条件を適宜調整して、仕上げ研磨工程のウェーハに対する動的摩擦力を0.014N/cm<sup>2</sup>から0.021N/cm<sup>2</sup>までそれぞれ変更した。

洗浄工程では、枚葉式のスピン洗浄装置を用い、回転させたシリコンウェーハの表面に、洗浄液を所定の流量で供給することにより、シリコンウェーハの表面を洗浄した。この洗浄工程では、最初にオゾン水洗浄液を供給するオゾン洗浄を実施した後に、フッ酸洗浄液を供給するHF洗浄を実施し、最後に純水を供給するリーン洗浄を実施した。フッ酸洗浄液としては、HF濃度が0.7質量%、1.0質量%、1.3質量%、及び1.6質量%に調整された洗浄液をそれぞれ使用した。

30

洗浄工程を終えたシリコンウェーハに対し、実施例1と同様にヘイズ値測定を行った。図5にその結果を示す。なお、図5では、複数の測定データのうち、洗浄液のHF濃度が同一の測定データごとにそれぞれ繋いで直線として表している。

## 【0041】

図5から明らかなように、仕上げ研磨工程でのウェーハに対する動的摩擦力が高くなるにつれて、ウェーハ表面のヘイズ値も低下する傾向がみられた。

具体的には、洗浄工程のHF濃度が1.3質量%以上であれば、仕上げ研磨工程時のウェーハに対する動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>以上となるように研磨条件を制御することで、洗浄工程を経て得られるウェーハ表面のヘイズを20ppb以下にまで低減できることが確認された。

40

## 【0042】

## 〔実施例3〕

粗研磨工程を終えた直径が300mmのシリコンウェーハを用意した。用意したシリコンウェーハに対して、以下のように条件を変更して、仕上げ研磨工程を実施し、次に、仕上げ研磨工程を終えたシリコンウェーハに洗浄工程を実施した。

仕上げ研磨工程では、図3に示す研磨装置1を用い、ウェーハに対する動的摩擦力が0.017N/cm<sup>2</sup>となるように研磨条件(定盤の回転数、加圧ヘッドの回転数、加圧ヘッドの押し当て圧力など)を適宜調整した。この仕上げ研磨工程では、アルカリベース水溶液にコロイダルシリカを分散させた研磨液(pH10.15)を使用した。

50

また、仕上げ研磨工程で使用する研磨液を、pHが10.1、pHが10.05、pHが10.0、及びpHが9.97にそれぞれ制御した研磨液に変更した以外は、上記と同様にしてシリコンウェーハに各工程を実施した。

洗浄工程では、枚葉式のスピン洗浄装置を用い、回転させたシリコンウェーハの表面に、洗浄液を所定の流量で供給することにより、シリコンウェーハの表面を洗浄した。この洗浄工程では、最初にオゾン水洗浄液を供給するオゾン洗浄を実施した後に、フッ酸洗浄液を供給するHF洗浄を実施し、最後に純水を供給するリムス洗浄を実施した。フッ酸洗浄液としては、HF濃度が1.3質量%に調整された洗浄液を使用した。

洗浄工程を終えたシリコンウェーハに対し、実施例1と同様にヘイズ値測定を行った。  
図6にその結果を示す。

10

#### 【0043】

図6から明らかなように、仕上げ研磨工程で使用する研磨液のpHが低くなるにつれて、シリコンウェーハ表面のヘイズ値も低下する傾向がみられた。

具体的には、pHを10.15に制御した研磨液を使用した場合ではヘイズ値は26ppb程度であった。一方で、pHを10.0に制御した研磨液を使用した場合ではヘイズ値は19ppb、pHを9.97に制御した研磨液を使用した場合ではヘイズ値は18ppb以下であった。この結果から、pHを10以下に制御した研磨液を使用することで、シリコンウェーハ表面のヘイズ値が20ppb以下にまで低減できることが確認された。

#### 【0044】

##### 【実施例4】

20

粗研磨工程を終えた直径が300mmのシリコンウェーハを用意した。用意したシリコンウェーハに対して、仕上げ研磨工程を実施し、次に、仕上げ研磨工程を終えたシリコンウェーハに洗浄工程を実施した。この際、仕上げ研磨工程における研磨条件、及び、洗浄工程における洗浄条件を制御して、ウェーハ表面のヘイズ値が19ppbのシリコンウェーハを得た。

また、仕上げ研磨工程における研磨条件、及び、洗浄工程における洗浄条件をそれぞれ制御して、ウェーハ表面のヘイズ値が120ppb、220ppbのシリコンウェーハを得た。

#### 【0045】

得られたシリコンウェーハに対し、パーティクル数測定を行った。図7にその結果を示す。なお、図7の右側は、ウェーハ表面のヘイズ値が19ppbのシリコンウェーハの測定結果、図7の中央は、ウェーハ表面のヘイズ値が120ppbのシリコンウェーハの測定結果、図7の左側は、ウェーハ表面のヘイズ値が220ppbのシリコンウェーハの測定結果である。

30

#### 【0046】

図7の中央に示す、ウェーハ表面のヘイズ値を120ppbとした場合、22nmサイズまでのパーティクルは計測できているが、20nmサイズでは、カウント数が急激に増加しており、正確にパーティクル数を計測できていないことが確認できる。20nmサイズにおいて、カウント数が急激に増加したのは、ヘイズによる誤認識を生じたためと推察される。また、図7の左側に示す、ウェーハ表面のヘイズ値を220ppbとした場合、24nmサイズまでのパーティクルは計測できているが、22nmサイズでは、カウント数が急激に増加しており、正確にパーティクル数を計測できていないことが確認できる。更に、20nmサイズでは、計測可能なカウント数上限を超えてしまい、カウントされなかった。

40

一方、図7の右側に示す、ウェーハ表面のヘイズ値を19ppbとした場合では、20nmサイズのパーティクルが計測できていることが判る。

#### 【符号の説明】

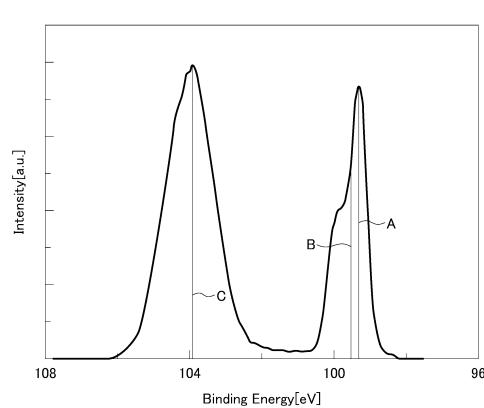
#### 【0047】

1...研磨装置、2...摩擦力測定装置、11, 21...定盤、111, 211...シャフト、  
112, 212...研磨布、12...加圧ヘッド、121...シャフト、122, 222...キャ

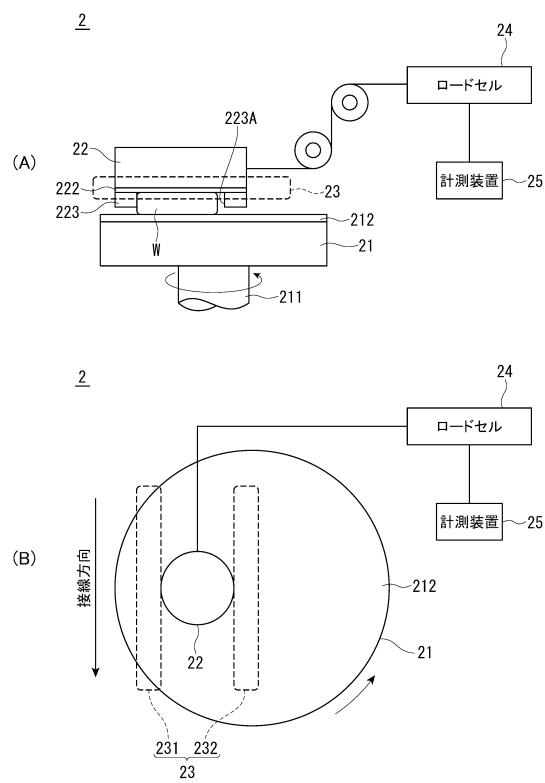
50

リアプレート、1 2 3 , 2 2 3 ...テンプレート、1 2 3 A , 2 2 3 A ...ウェーハ位置決め穴、2 2 ...ヘッド、2 3 ...ガイド、2 3 1 , 2 3 2 ...板状物、2 4 ...ロードセル、2 5 ...計測装置、W...シリコンウェーハ。

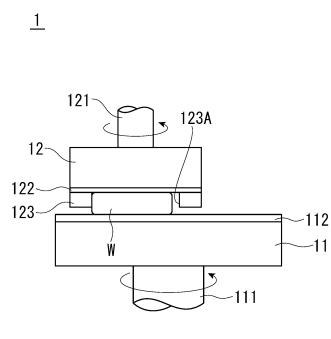
【図 1】



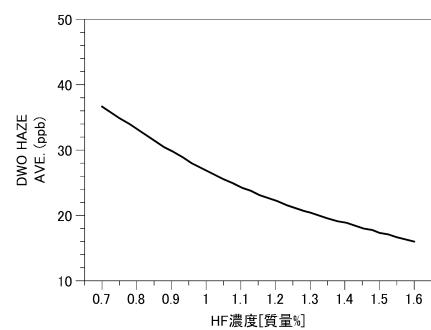
【図 2】



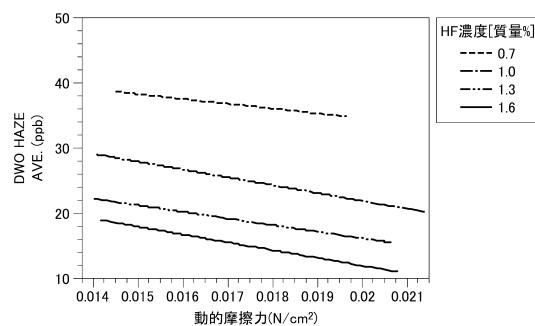
【図3】



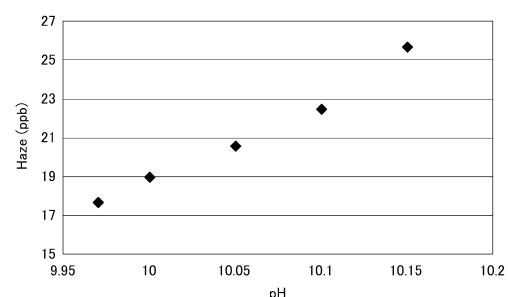
【図4】



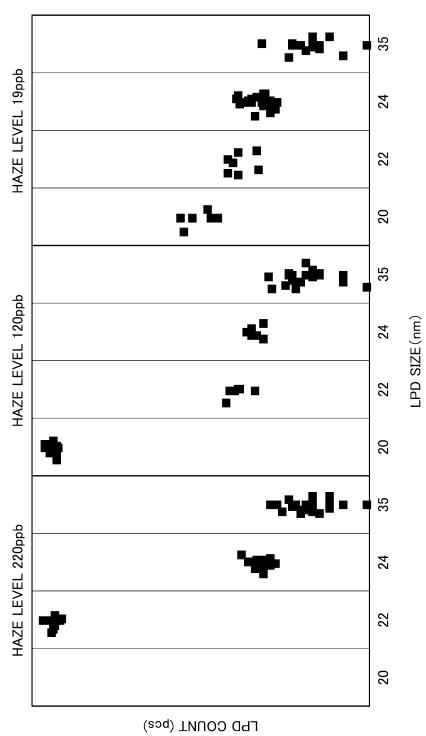
【図5】



【図6】



【図7】



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

B 2 4 B 49/16

H 0 1 L 21/304 6 4 7 Z

(56)参考文献 特開2000-315635 (JP, A)

特開2012-210709 (JP, A)

国際公開第2006/035865 (WO, A1)

特開平05-021412 (JP, A)

特開2004-291150 (JP, A)

国際公開第2012/002525 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H 0 1 L 2 1 / 3 0 4

B 2 4 B 4 9 / 1 0

B 2 4 B 4 9 / 1 6

C 3 0 B 2 9 / 0 6

C 3 0 B 3 3 / 1 0