

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4628580号
(P4628580)

(45) 発行日 平成23年2月9日(2011.2.9)

(24) 登録日 平成22年11月19日(2010.11.19)

(51) Int. Cl. F I
 HO 1 L 21/02 (2006.01) HO 1 L 21/02 B
 BO 8 B 3/04 (2006.01) BO 8 B 3/04 Z
 HO 1 L 21/304 (2006.01) HO 1 L 21/304 6 5 1 Z

請求項の数 4 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2001-119457 (P2001-119457)	(73) 特許権者	000190149 信越半導体株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番2号
(22) 出願日	平成13年4月18日(2001.4.18)	(74) 代理人	100102532 弁理士 好宮 幹夫
(65) 公開番号	特開2002-313689 (P2002-313689A)	(72) 発明者	横川 功 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内
(43) 公開日	平成14年10月25日(2002.10.25)	(72) 発明者	中野 正剛 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内
審査請求日	平成15年11月6日(2003.11.6)	(72) 発明者	三谷 清 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内
審判番号	不服2008-3998 (P2008-3998/J1)		
審判請求日	平成20年2月20日(2008.2.20)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 貼り合せ基板の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

少なくとも二枚の基板を接合する工程と、該接合した基板に熱処理を加えて強固に結合する工程を有する貼り合せ基板の製造方法において、前記貼り合せ基板の材料となる基板を、水素、希ガスまたはハロゲンガスが注入されたものとし、かつ少なくとも前記基板を接合する前に該基板表面の汚染物質を除去する洗浄工程を行い、次に洗浄された基板表面を乾燥させる工程を行い、当該乾燥工程では水置換法を用いず、前記洗浄された基板表面の水分を吸引して除去する工程として、接合前の基板上に、水置換法を用いたIPA蒸気乾燥法よりもOH基、SiOH基及び水分を多く残すことによって、基板を接合した後の接合強度を高めることを特徴とする貼り合せ基板の製造方法。

10

【請求項2】

前記接合後の貼り合せ界面の接合強度を、300 で熱処理した後に剃刀法で測定される接合強度で0.25 N/m² 以上とすることを特徴とする請求項1に記載した貼り合せ基板の製造方法。

【請求項3】

前記貼り合せ基板の材料となる基板を、シリコン基板とすることを特徴とする請求項1または請求項2に記載した貼り合せ基板の製造方法。

【請求項4】

前記貼り合せ基板の材料となる基板を、酸化膜付きシリコン基板とすることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載した貼り合せ基板の製造方法。

20

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、貼り合せ基板の製造において、材料となる基板を貼り合わせる前の洗浄工程と乾燥工程に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

貼り合せ基板の製造では、単一または複数種類の材料となる基板を洗浄・乾燥してから、材料基板の接合を行う。その後、接合した基板の接合界面の接合強度を高める熱処理を加えて強固に結合した後、一方の基板を薄膜化することで貼り合せ基板が製造される。ここで、材料基板の洗浄工程の次に行われる乾燥工程は、通常揮発性の高い有機溶剤の一種であるIPA（イソプロピルアルコール）の加熱蒸気中に基板を入れて、凝縮IPAで基板表面上に付着した水分を置換しながら、基板を蒸気温度まで昇温させて乾燥する方法（以下、IPA蒸気乾燥法と呼ぶ）に代表される水置換法で行われている。

10

【0003】

貼り合せ基板の製造において、材料基板を接合する際、材料基板の接合面にパーティクルや有機物が存在すると、パーティクルや有機物が接合界面の接合を妨げ、接合界面に未接合部を形成してしまう。これが、結合熱処理後の貼り合せ基板の結合界面にボイド不良やブリストア不良を引き起こす。特に、接合界面の接合力が弱い場合は、結合熱処理を行ってもボイド不良やブリストア不良が発生し易く、また、そのサイズも大きくなる傾向にある。

20

【0004】

図2は、これらの欠陥が発生した貼り合せ基板の例として、SOIウエーハの縦断面を模式化した図である。

SOIウエーハはベースウエーハ2の上に酸化膜10と活性シリコン層9が積層されているが、ボイド不良13やブリストア不良12によりこれらの層の未結合部を発生させている。

【0005】

従来から行われている貼り合せ基板の製造では、材料基板の洗浄工程後に行う乾燥工程では、上記したようなIPA蒸気乾燥法などの水置換法が用いられている。この水置換法により乾燥させた基板を用いて貼り合せ基板を作製すると、上記ボイド不良やブリストア不良が発生し易く、貼り合せ基板の生産性や歩留りを低下させていた。

30

【0006】

ここで、水置換法とは、基板表面上に付着した水分を、揮発性の高い有機溶剤に置換して迅速に基板乾燥を行う方法である。置換溶剤としては工業的に最も使用し易いIPAが広く使用されている。

【0007】

さらに、IPA蒸気乾燥法は、火災が起きる可能性があるため、その安全対策に多額の設備投資が必要であった。また、IPAは高純度薬品であるため高価で、その使用により製造コストを高くしていた。

40

【0008】**【発明が解決しようとする課題】**

そこで本発明は、このような従来の問題点に鑑みなされたもので、材料基板を接合前に洗浄工程を行い、次に行う乾燥工程を適正化することにより、接合基板の接合界面の接合強度を向上させ、結合熱処理後の貼り合せ基板の結合界面にボイド不良やブリストア不良のない貼り合せ基板を高い生産性と歩留りで製造することができる貼り合せ基板の製造方法を提供することを主たる目的とする。

【0009】**【課題を解決するための手段】**

上記課題を解決するため、本発明の貼り合せ基板の製造方法に係る発明は、少なくとも

50

二枚の基板を接合する工程と、該接合した基板に熱処理を加えて強固に結合する工程を有する貼り合せ基板の製造方法において、少なくとも前記基板を接合する前に該基板表面の汚染物質を除去する洗浄工程を行い、次に洗浄された基板表面を乾燥させる工程を行い、当該乾燥工程では水置換法を用いないこととして、接合前の基板上に水分を残すことによって、基板を接合した後の接合強度を高めることを特徴としている。

【0010】

このように、基板を接合する前に基板表面の汚染物質を除去する洗浄工程を行い、次に洗浄された基板表面を乾燥させる工程を行い、当該乾燥工程では水置換法を用いないこととして、接合前の基板表面上に水分を残すことによって基板を接合すれば、水素結合、シラノール基結合等によって強力に接合強度を高めることができる。そしてこの接合基板を結合熱処理によって結合させれば、結合界面に強固な結合強度を有する貼り合せ基板を製造することができると共に、材料となる基板上のパーティクルおよび有機物汚染を低減できるので、結合熱処理後の結合界面にポイド不良やブリストア不良のない高品質貼り合せ基板を高い生産性と高い歩留りで製造することができる。

10

【0011】

この場合、接合後の貼り合せ界面の接合強度を 0.25 N/m^2 以上とすることが好ましい。

このように、本発明によれば、接合後の貼り合せ界面の接合強度を容易に 0.25 N/m^2 以上とすることができ、従って結合熱処理後の貼り合せ基板の結合界面強度を従来のものより高強度に高めることができる。また、この数値以上であれば、例えば水素注入剥離法における剥離を行う際の微小気泡層の剥離強度よりも高いので、接合界面にポイド不良やブリストア不良を発生することはない。

20

【0012】

この場合、乾燥工程は、洗浄された基板表面の水分を吸引して除去する工程とすることができる。

この工程は、真空吸引ラインが設置された乾燥台座に材料基板をほぼ垂直に載せ、基板下部より水分を吸引することで、材料基板表面上の水分を除去する工程である。乾燥台座に複数枚数の基板を載せるようにすることで、同時に複数枚数の基板を乾燥できるため、高い生産性が得られる。また、接合工程で使う基板表面に残す水分量を適度にすることができる。

30

【0013】

またこの場合、乾燥工程は、洗浄された基板表面の水分を、基板を高速回転させて除去する工程とすることができる。

この工程は、材料基板上の水分を基板を高速回転することにより得られる遠心力を用いて除去するもので、通常のスピン乾燥機がこれにあたる。スピン乾燥機の場合も、基板表面上に残す水分量を適度にすることができる。

【0014】

さらにこの場合、洗浄工程は、最終リンスを温水で行う工程であり、次の乾燥工程は、前記洗浄された基板表面の温水を蒸発除去する工程とすることができる。

このように、洗浄工程における最終リンス槽のリンス液を温水とし、最終リンス槽からゆっくりと基板を引き上げることで、材料基板表面上の温水を蒸発させ、材料基板の水分を除去することができる。この場合、乾燥を確実に行うため、材料基板にIR照射を行っても良い。また、基板を同時に複数枚処理できるので生産性が高い。さらに基板表面上に残す水分量を適度にすることが可能である。

40

【0015】

ここで本発明の貼り合せ基板の製造方法に係る発明は、貼り合せ基板の材料となる基板を、シリコン基板とすることが好ましく、また酸化膜付きシリコン基板とすることが好ましく、あるいは水素、希ガスまたはハロゲンガスが注入されたものとすることができる。

【0016】

このように、貼り合せ基板の材料となる基板は、デバイスの種類、用途に応じて複数種類

50

の基板を組み合わせて使用されるが、中でもシリコン基板、酸化膜付きシリコン基板あるいは水素、希ガスまたはハロゲンガスが注入されたシリコン基板を使用し、本発明の洗浄工程、乾燥工程を適用して貼り合せ基板を製造すれば、強力な接合強度と強固な結合強度が得られるとともに、汚染、欠陥のない貼り合せ基板を提供することができる。

【0017】

さらに本発明によれば、前記製造方法で製造された、パーティクルや有機物汚染のない材料基板が水分によって強力に接合され、さらに結合熱処理で結合界面強度を高めるとともに、結合界面にボイド不良やブリストア不良のない貼り合せ基板が提供される。

【0018】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明者等は、貼り合せ基板の接合工程で得られる接合強度が、例えば水素注入剥離法（イオン注入剥離法、スマートカット法ということがある）における剥離を行う際の微小気泡層（イオン注入層、水素高濃度層ということがある）の剥離強度より弱い場合があり、その原因について鋭意検討を重ねたところ、材料基板の洗浄工程の後に行う乾燥工程において、IPA蒸気乾燥法等の水置換法を用いた場合に弱くなり易いことを見出し、この現象を回避できる乾燥方法と乾燥条件を探索し、諸条件を精査して本発明を完成させたものである。

【0019】

すなわち、この水置換法によると、基板表面上の水分およびOH基をほぼ完全に揮発してしまうため、貼り合せ基板の接合界面において水素結合を担う水分およびOH基が不足し、接合界面の接合強度が低下していることが判ってきた。

また、乾燥後の基板表面に静電気が帯電し、 $0.2\ \mu\text{m}$ 以上のサイズのパーティクルが基板表面上に付着し易い傾向があった。さらに、IPAそれ自身が有機溶剤なので、材料基板の表面を有機物で汚染していた。

【0020】

そこで本発明では、材料基板を洗浄する洗浄工程の後に行う乾燥工程における乾燥法に、IPA蒸気乾燥法等の水置換法を用いないこととして、接合前の基板表面上に水素結合を担う水分とOH基を残すことによって、水素結合を主とする接合が起こり接合界面の接合強度を向上させることとした。またこの残留水分により静電気による材料基板の帯電を防止することができるので、材料基板表面上への $0.2\ \mu\text{m}$ 以上のサイズのパーティクルの付着を低減させることができる。さらに、水置換法を用いない本乾燥法は、IPA等の有機溶剤を用いていないので、乾燥後の材料基板表面に有機物汚染を引き起こすことはない。

上述した理由から、本発明を用いれば、接合基板の接合界面における接合強度が格段に向上する。従って、結合熱処理後の貼り合せ基板の結合強度が増強され製品歩留りを向上させることができる。

尚、本発明において「接合強度」とは、 1000 以上の高温での結合熱処理を行う前の貼り合せ界面の貼り合せ強度の総称であり、結合熱処理後の「結合強度」とは区別される。

【0021】

本発明の水置換法を用いず、基板表面に水分を残す乾燥法の例としては、吸引乾燥法がある。

図8に示したように、真空吸引ライン22が設置された乾燥台座21に材料基板Wを垂直に載せ、真空ポンプ23で基板Wの両表面周りに存在するクリーンエアを気流として吸引すると同時に基板Wの両表面上の水滴や水膜を吸引除去して乾燥させる方法である。この方法によれば、材料基板表面上の水分量を必要以上に低減させずに適度な量にすることができるので、接合に要する水分を基板表面上に残して乾燥することができる。また、乾燥台座に複数枚数の基板を載置可能とすることで、同時に多数の基板を乾燥することができるので、生産性の向上を図ることができる。

【0022】

また、本発明の乾燥工程には、いわゆるスピン乾燥機を使用することができる。

図9に示したスピン乾燥機25は、モーター26で高速回転する支持台27を有するもので、支持台27上に材料基板Wを載置し、材料基板W上の水分を、基板Wを水平状態で高速回転することにより発生する遠心力を用いて、材料基板上の水分の除去を行う。この場合も、材料基板の表面上に残す水分量を適度に行うことができる。

【0023】

また、本発明では、洗浄工程における最終リンス槽のリンス液を温水とし、最終リンス槽からゆっくりと基板を引き上げることで、材料基板上の温水を蒸発させて材料基板の水分を除去する方法（以下、温水引上げ乾燥法と呼ぶ）を用いることもできる。この時、乾燥を確実にするため、材料基板にIR（赤外線）照射を行っても良い。また、基板を同時に複数枚処理できるので、生産性が高い。この場合も、乾燥基板表面に残留する水分量を適度な量にすることができる。

【0024】

以上述べた本発明によれば、従来の水置換法として用いられているIPA蒸気乾燥法等と比較して、IPA等の引火性の高い薬品を用いないので、安全に作業できると同時に、多額の設備費を必要とする安全対策およびIPA等の薬品のコストが不要になるので、貼り合せ基板の製造コストを引き下げることができる。なお、本発明では、上記乾燥工程を複数回繰り返し行っても良い。

【0025】

本発明は、SOI（Silicon on Insulator）基板、SOQ（Silicon on Quartz）基板、誘電体分離基板、酸化膜を介さずシリコンウエーハ同士を接合した基板、その他接合により作製できるあらゆる貼り合せ基板に適用できる。また、洗浄工程と乾燥工程と接合工程が備わる手法であれば、貼り合せ基板のあらゆる作製手法に限定されずに適用できる。

【0026】

特に、水素注入剥離法による貼り合せ基板の作製では、材料基板内に形成された水素高濃度層で材料基板の剥離を行う。この水素高濃度層の形成にはイオン注入法が用いられるが、基板表面品質を劣化させるため、接合した材料基板を剥離する際の接合界面の接合強度が弱く、接合界面にポイド不良やブリスター不良を発生させ易い欠点がある。しかし、本発明のように基板表面に水分を残す乾燥法を用いることで、接合界面の水素結合を担う水分やOH基が水置換法よりも格段に増加するので、剥離時の接合界面の接合強度が向上し、ポイド不良やブリスター不良が著しく減少し、接合界面品質と生産歩留りが向上する。

【0027】

このように、水置換法ではなく基板表面に水分を残す乾燥法を使用することで、接合基板の接合界面における接合強度が向上すると同時に、材料基板上からパーティクルおよび有機物汚染が低減するので、結合熱処理によって結合強度が増強され、結合界面にポイド不良やブリスター不良の無い高品質貼り合せ基板を高生産性および高歩留りで得ることができる。

【0028】

【発明の実施の形態】

以下、本発明に係わる貼り合せ基板を製造する実施の形態について図面を参照しながら詳細に説明する。

図1は、本発明に係わる貼り合せ基板の製造方法の一実施形態の概要を示す工程図である。ここでは、貼り合せ基板の作製法の一つである水素注入剥離法を用いたSOI基板の作製を例に説明する。

【0029】

図1において、材料基板としてベアウエーハを2枚用意する（A）。ベアウエーハには、鏡面研磨ウエーハ、エピタキシャルウエーハ、熱処理基板等様々な基板が存在するが、その種類に関係なく本発明に適用することができる。

まず、ボンドウエーハ1として用意されたベアウエーハの表面に酸化膜10を形成する。

10

20

30

40

50

表面に酸化膜 10 が形成されたボンドウエーハ 1 の表面から水素イオンの注入を行い、所望の深さに均一に水素高濃度層 11 を形成する。水素高濃度層 11 の深さが、得られる SOI 層の厚さを決めることになる。

【0030】

次に、ベースウエーハ 2 としてはベアウエーハをそのまま用いる。ここで、ボンドウエーハ 1 をベアウエーハとし、ベースウエーハ 2 を酸化膜付ウエーハとしても良い。また、共にベアウエーハまたは酸化膜付ウエーハとしても良い。

これらの材料基板の表面に付着しているパーティクルおよび有機物等を除去するため、材料基板の接合前に洗浄工程を行う (B)。この洗浄工程ではいわゆる RCA 洗浄等の洗浄を行い、その後の乾燥工程 (C) では水置換法ではなくウエーハ表面に水分を残す方法を採用して、接合前の材料基板上に水分および OH 基を残すようにして乾燥する。

10

【0031】

次に、接合工程 (D) において、その表面に水分が残っているボンドウエーハ 1 の表面とベースウエーハ 2 の表面を接合する。この時、接合工程の雰囲気や材料基板を保管した容器から、パーティクル汚染および有機物汚染を受け易いので、洗浄工程、乾燥工程を行った後は、出来る限り早く接合工程を行うことが望ましい。

【0032】

剥離熱処理工程 (E) においては、接合した基板を 400 ~ 600 程度の低温で熱処理すると、ボンドウエーハ 1 内に形成された水素高濃度層 11 に欠陥層が形成される。欠陥層がボンドウエーハ 1 内部で水平方向に繋がることで、ボンドウエーハ 1 の剥離を行う。これにより、ボンドウエーハ 1 の一部がベースウエーハ 2 上に転写して、SOI 基板となる。

20

【0033】

結合熱処理工程 (F) においては、接合界面の接合力を高めるため、酸化性雰囲気または非酸化性雰囲気で 1000 以上の結合熱処理を行い、強固に結合させて安定化する。最後に研磨工程 (G) において、SOI 層表面のダメージを除去し、マイクロラフネスを向上させるための研磨を行う。研磨の代わりに水素アニール等の熱処理を行うこともできる。

以上の一連の工程により水素注入剥離法による SOI ウエーハ 15 が完成する。

【0034】

図 3 は、200 以下で接合した接合基板の接合界面における接合状態を説明する概略図である (参考文献：阿部孝夫著、シリコン結晶成長とウエーハ加工、培風館、1994、p. 330)。図 3 から、接合界面の接合状態は水分および OH 基を主体とした水素結合であることが分かる。従って、接合界面に水分および OH 基が適度に多いときには接合界面の接合強度は向上する。

30

【0035】

図 4 は、接合後、200 ~ 700 で低温熱処理を行った後の、接合基板の接合界面の接合状態を説明する概略図である (参考文献：阿部孝夫著、シリコン結晶成長とウエーハ加工、培風館、1994、p. 330)。この場合、接合界面の接合状態は、シラノール基を主体とした接合であることが分かる。しかしながら、熱処理温度を上げるに従って、接合界面の接合は水素結合からシラノール基による結合へ徐々に変化しているので、実際の接合界面の接合は、水素結合とシラノール基結合が混在した状態となっている。従って、接合時において接合界面の水分および OH 基が適度に多いほど、熱処理後の接合強度も向上する。

40

【0036】

ところで、水素注入剥離法では、材料基板内に 1×10^{16} ions/cm² 以上の水素が存在すれば、400 以上の温度で微小欠陥層を形成して剥離が起きる。上述したように、400 以上の温度では、接合界面の結合状態が、シラノール基による結合と水素結合の混在した状態である。そのため、接合時において、材料基板上に適度に多くの水分および OH 基が存在した方が、接合界面の接合強度を向上させ、ポイド不良やブリスター不良

50

を低減させることができる。

【0037】

また、水素注入剥離法では、材料基板への水素の注入量を $1 \times 10^{17} \text{ ions/cm}^2$ 以上とすれば、材料基板内に発生する微小欠陥層が400以下でも形成されるため、水素の注入量が多ければ多いほど、剥離熱処理温度を下げることができ、接合界面の接合は水素結合がより主体となる。そのため、接合界面の接合強度が弱く、ポイド欠陥やプリスター不良が発生し易い。それゆえ接合時に、材料基板上に適度に多くの水分およびOH基を存在させ、接合界面の接合強度を向上させることで、低温で剥離させる場合でもポイド不良やプリスター不良を低減させることができる。水素を励起してプラズマ状態で注入することにより剥離工程を室温で行う技術を用いる場合も同様である。

10

【0038】

そこで、接合前に行う洗浄工程と乾燥工程を行った後の材料基板上の水分量について、水置換法を用いない吸引乾燥法と水置換法を用いるIPA蒸気乾燥法とで比較を行った。

【0039】

まず、TOF-SIMS法（飛行時間型2次イオン質量分析法）を用いて、基板乾燥後の材料基板上のSiOH基を測定した結果を示す。図5は、基板表面から検出されたSiOHフラグメントの量を示している。乾燥法による違いを比較し易くするため、30Siで規格化している。その結果、水置換法を用いたIPA蒸気乾燥法よりも、水置換法ではない吸引乾燥法の方が、接合界面の接合の担い手となるSiOH基が多いことが分かった。

20

【0040】

また、図6は、基板表面から検出されたOHフラグメントの量を示している。乾燥法による違いを比較し易くするため、30Siで規格化している。その結果、水置換法を用いたIPA蒸気乾燥法よりも、水置換法ではない吸引乾燥法の方が、接合界面の結合の担い手となるOH基が多いことが分かった。従って、TOF-SIMS法の結果から、吸引乾燥法で乾燥した材料基板の方が、水置換法を用いたIPA蒸気乾燥法よりも、OHおよびSiOH基が多くなることが分かった。

【0041】

続いて、図7に、ATR-IR（Attenuated Total Reflection Infrared）スペクトル法（以下、ATR-IR法と呼ぶ）を用いて、基板乾燥後の材料基板上の水分およびSiOH基を測定した結果を示す。結果は波形で表されるが、乾燥法による違いを比較し易くするため、吸引乾燥法の波形から、IPA蒸気乾燥法の波形を引いた波形で表している。その結果、水分を示す 1800 cm^{-1} 付近のピークが正側に振れ、IPA蒸気乾燥法よりも、吸引乾燥法の方が、水分が多くなる傾向が見られた。ゆえに、ATR-IR法の結果からは、水置換法ではない吸引乾燥法で乾燥した材料基板の方が、水置換法を用いたIPA蒸気乾燥法よりも、水分が多くなることが分かった。

30

【0042】

【実施例】

以下、本発明の実施例と比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

40

（実施例）

接合前の洗浄工程後の乾燥工程で行う乾燥法の違いによる材料基板上の水分量の違いが、接合基板の接合界面の接合強度にどの程度の差となって現れるかを剃刀法を用いて調査した（剃刀法についての参考文献：編集UCS半導体基板技術研究会、SOIの科学、リアライズ社、2000年、p.300）。

【0043】

ここでは、貼り合せ基板の作製法の一つである水素注入剥離法を用いてSOI基板を作製した。製造工程は図1に示された工程図による。

先ず、150nm酸化膜付直径8インチシリコン基板に $8 \times 10^{16} \text{ ions/cm}^2$ の水素イオンを注入したボンドウエーハと、ベアシリコン基板をベースウエーハとして用意し

50

た。

次に、両ウエーハをRCA洗浄液で洗浄した後、純水で十分リンスした。続いて吸引乾燥法を用いて両ウエーハを乾燥した。次いで、ボンドウエーハの酸化膜面とベースウエーハの片面とを室温で接合した。そして、接合した基板に水素高濃度層が剥離しない300で熱処理を行った後、接合界面の接合強度を剃刀法により測定したところ、 $0.28 \sim 0.33 \text{ N/m}^2$ であった。

【0044】

次に、上記したように、接合強度を測定したウエーハと同じ履歴のウエーハを用いて、水素注入剥離法による貼り合せ基板の作製を行ない、500、30分の剥離熱処理工程後における貼り合せ基板の良品率を調査した。

ここで、剥離熱処理工程後における貼り合せ基板の良品とは、剥離熱処理工程後に得られる貼り合せ基板表面上に、図2に示すようなボイド不良あるいはプリスター不良が、蛍光灯下の目視検査で観察されない基板のことである。また剥離熱処理工程後における貼り合せ基板の良品率とは、剥離熱処理工程後における貼り合せ基板の良品の枚数を、投入枚数で割り、100倍したものである。

上記のように、吸引乾燥法により乾燥して貼り合せ基板を16枚作製したところ、15枚の良品を得ることができた(良品率:94%)。

【0045】

さらに、モニター基板を用いて、接合前の洗浄工程後の乾燥工程を行った材料基板上のパーティクル数をKLA-Tencor社製パーティクルカウンタ-SP1で測定したところ、吸引乾燥法では、 $0.2 \mu\text{m}$ 以上のパーティクルが~5個/直径8インチウエーハしか検出されなかった。

【0046】

(比較例)

接合前の洗浄工程後の乾燥工程に、水置換法であるIPA蒸気乾燥法を用いた以外は実施例と同様の工程で水素注入剥離法によるSOIウエーハを作製して比較例とした。

そして、実施例と同様に剃刀法により、接合基板の接合界面の接合強度を測定したところ、 $0.18 \sim 0.22 \text{ N/m}^2$ であった。

また、500、30分の剥離熱処理を行った貼り合せ基板を16枚作製したところ、7枚の良品しか得られなかった(良品率:44%)。

さらに、モニター基板を用いてパーティクル数を測定したところ、接合前のIPA蒸気乾燥した材料基板には $0.2 \mu\text{m}$ 以上のパーティクルが~10個/直径8インチウエーハ検出された。

【0047】

以上述べた実施例と比較例の結果から、水置換法を用いない吸引乾燥法(実施例)を使用した方が、材料基板に水分およびOH基が適度に残留するので、接合界面の接合強度が向上することが分かる。

【0048】

また、水置換法のIPA蒸気乾燥を行うと、乾燥後の材料基板表面が静電気で帯電し、乾燥工程の基板回収場所あるいは基板保管箱あるいは接合工程の雰囲気中存在するパーティクルが付着し易くなるものと考えられる。

【0049】

このように、水置換法を用いない吸引乾燥法を用いることで、材料基板に水分またはOH基が適度に多く存在するため、水置換法のIPA蒸気乾燥では接合界面の接合強度が弱い剥離工程においても、接合界面の接合強度を向上させることができる。また、静電気が発生しないので、材料基板のパーティクル汚染が低減する。さらに、IPA等の有機溶剤を使用しないため、有機物汚染も低減させることができる。このため、接合界面の品質が向上し、結合熱処理後の貼り合せ基板の製品歩留りが向上する。

【0050】

なお、本発明は、上記実施形態では水置換法であるIPA蒸気乾燥法を使用しないことを

10

20

30

40

50

前提としているが、一旦IPA蒸気乾燥を行った後、再度純水のみで基板を濡らし、水置換法ではなく、基板上に水分を残す本乾燥法を用いることで、接合基板の接合界面の接合強度を、IPA蒸気乾燥のみの場合の $0.18 \sim 0.22 \text{ N/m}^2$ から、 $0.25 \sim 0.31 \text{ N/m}^2$ まで高めることができた。従って、IPA蒸気乾燥後に、純水のみで基板を濡らし、本乾燥法を実施して基板上に水分を残すようにすることによっても、接合界面の接合強度を向上させることができることがわかった。

【0051】

さらに、剥離工程後の良品率を調査したところ、比較例におけるIPA蒸気乾燥したサンプルでは、投入枚数16枚に対し、7枚の良品しか得られなかった（良品率：44%）が、このようにIPA蒸気乾燥後に再度基板を濡らしてから吸引乾燥法を行うことで、投入枚数16枚に対し、12枚の良品を得ることが出来た（良品率：75%）。

10

ここで、本実験は、IPA蒸気乾燥法で乾燥した基板を、再度、純水で濡らしただけで吸引乾燥法を行っているが、メガソニックあるいはブラシを併用したり、薬液を用いたりすることで、接合強度の向上以外に、パーティクルや有機物汚染も低減させるようにすることができる。このため、本発明では、IPA蒸気乾燥後に、本乾燥法である吸引乾燥法、スピン乾燥法、温水引上げ乾燥法等を使用することもできる。

【0052】

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

20

【0053】

例えば、材料基板として半導体基板以外に、石英基板等の絶縁性基板または金属基板等にも適用することができる。また、デバイス等のパターン付基板にも適用することができる。

さらに、上記実施形態において、水素注入剥離法における剥離工程を熱処理で行っているが、熱処理に相当するエネルギー（電気、プラズマ、高周波等）を与えても良い。

また、熱処理および熱処理に相当するエネルギーを与えて、水素高濃度層に微小欠陥層を形成し、基板側面から微小欠陥層に流体（気体、液体）を噴射して、ボンドウエーハを剥離しても良い。

【0054】

30

また、貼り合せ基板の作製方法に関しても、上記水素注入剥離法に限定されるものではなく、2枚の基板を結合した後、一方の基板をエッチング、研削、研磨あるいは気相エッチング等により薄膜化、平坦化するような方法においても、本発明が適用できることは言うまでもない。

【0055】

【発明の効果】

接合前の洗浄工程後の乾燥工程において、水置換法を用いない乾燥法を用いて接合前の材料基板上に水分を残すことにより、接合後の接合界面の接合強度を格段に高めることができる。また材料基板が静電気で帯電しなくなるので、 $0.2 \mu\text{m}$ 以上のサイズのパーティクルによる汚染が低減する。さらに有機溶剤を使用しないため、有機物汚染も低減する。従って、貼り合せ基板の結合界面からボイド不良やプリスター不良が低減し、貼り合せ基板の生産歩留りが著しく向上する。さらに、水置換法のように薬品を使用しないため、安全に操業できると共に、薬品代および安全対策のための設備が不要となり、製造コストを引き下げることができる。

40

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る貼り合せ基板製造の一実施形態を示す工程図である。

【図2】貼り合せ基板のプリスター不良およびボイド不良を示す説明図である。

【図3】材料基板を200以下で接合した場合の接合基板の接合界面の接合状態を表す説明図である。

【図4】材料基板を接合後、200～700で熱処理を行った後の、接合基板の接合界

50

面の接合状態を示す説明図である。

【図5】TOF-SIMS法を用いて、基板乾燥後の材料基板上的SiOH基の量を乾燥法で比較した図である。

【図6】TOF-SIMS法を用いて、基板乾燥後の材料基板上的OHの量を比較した図である。

【図7】ATR-IR法を用いて、基板乾燥後の材料基板上的水分を乾燥法で比較した図である。

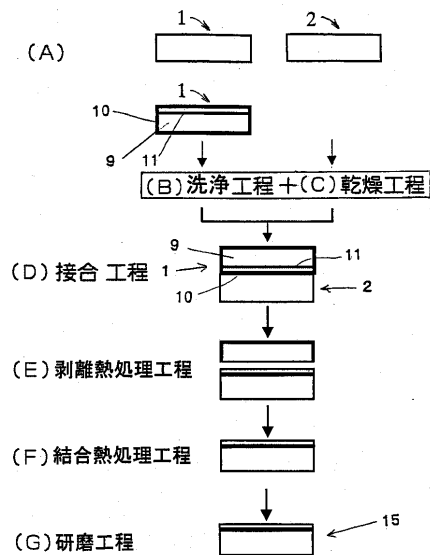
【図8】吸引乾燥法を示す説明図である。

【図9】スピン乾燥法を示す説明図である。

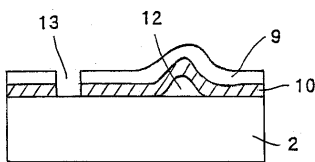
【符号の説明】

- 1 ... ボンドウエーハ、 2 ... ベースウエーハ、
- 9 ... シリコン、 10 ... 酸化膜、 11 ... 水素高濃度層、
- 12 ... プリスター不良、 13 ... ボイド不良、 15 ... SOIウエーハ、
- 21 ... 台座、 22 ... 真空吸引ライン、 23 ... 真空ポンプ、
- 25 ... スピン乾燥機、 26 ... モーター、 27 ... 支持台、
- W ... 基板（ウエーハ）。

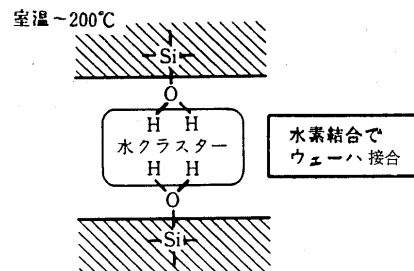
【図1】



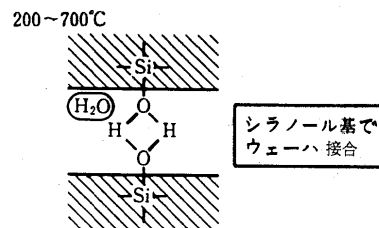
【図2】



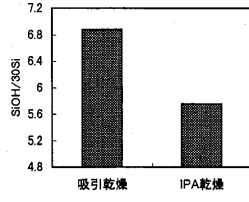
【図3】



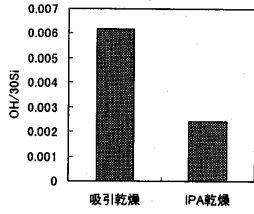
【図4】



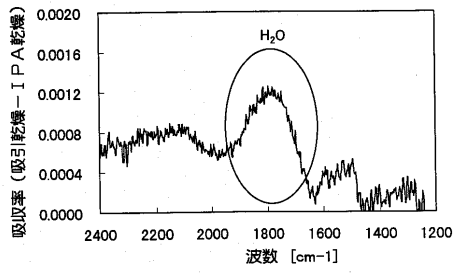
【 図 5 】



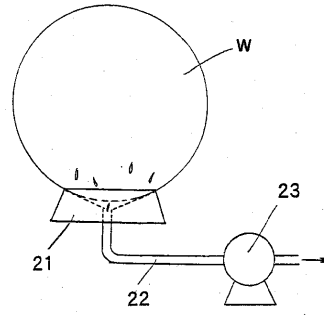
【 図 6 】



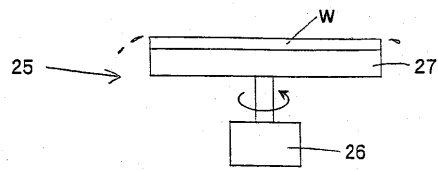
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



フロントページの続き

合議体

審判長 北島 健次

審判官 小野田 誠

審判官 加藤 俊哉

- (56)参考文献 特開2000-030992(JP,A)
特開平10-050657(JP,A)
特開平07-058303(JP,A)
特開平09-186127(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L21/02

H01L27/12

H01L21/304