

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2011 年 2 月 24 日(24.02.2011)

(10) 国際公開番号
WO 2011/021691 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/205 (2006.01) H01L 21/304 (2006.01)
H01L 21/20 (2006.01) H01L 21/306 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/064076
- (22) 国際出願日: 2010 年 8 月 20 日(20.08.2010)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2009-192450 2009 年 8 月 21 日(21.08.2009) JP
特願 2009-192451 2009 年 8 月 21 日(21.08.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 S U M C O (SUMCO CORPORATION)
[JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 緒方 晋一 (OGATA Shinichi) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 株式会社 S U M C O 内

Tokyo (JP). 高石 和成 (TAKAISHI Kazushige) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP). 西村 弘徳 (NISHIMURA Hironori) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP). 奥内 茂 (OKUUCHI Shigeru) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP). 御厨 俊介 (MIKURIYA Shunsuke) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP). 中吉 雄一 (NAKAYOSHI Yuichi) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP).

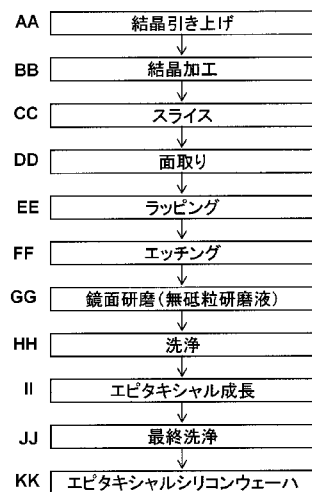
- (74) 代理人: 安倍 逸郎 (ABE Itsurou); 〒8020005 福岡県北九州市小倉北区堺町 1 丁目 9-6 コンプレート堺町ビル 403 号 安倍国際特許事務所 Fukuoka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING EPITAXIAL SILICON WAFER

(54) 発明の名称: エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法

[図1]



AA CRYSTAL PULLING
BB CRYSTAL PROCESSING
CC SLICING
DD CHAMFERING
EE LAPPING
FF ETCHING
GG MIRROR POLISHING (ABRASIVE GRAIN-FREE POLISHING LIQUID)
HH CLEANING
II EPITAXIAL GROWTH
JJ FINAL CLEANING
KK EPITAXIAL SILICON WAFER

(57) Abstract: Disclosed is a method for producing an epitaxial silicon wafer, wherein the surface of a silicon wafer is mirror polished using a polishing liquid that is composed of an abrasive grain-free alkaline aqueous solution containing a water-soluble polymer. As a result, the polishing procedure is simplified, thereby increasing the productivity and reducing the production cost; and the density of light point defects (LPD) formed on the wafer surface after the mirror polishing due to the mirror polishing process is reduced, thereby improving the surface roughness of the wafer surface.

(57) 要約: 水溶性高分子を含む無砥粒のアルカリ性水溶液の研磨液でシリコンウェーハの表面を鏡面研磨するので、研磨工程の簡略化で生産性が高まり、コストダウンが可能で、鏡面研磨後のウェーハ表面に生じる加工起因のLPDの密度を低減し、ウェーハ表面の表面粗さを改善できる。



CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法

技術分野

[0001] この発明は、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法、詳しくはシリコンウェーハの鏡面研磨された表面に、エピタキシャル膜が気相成長されたエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 例えば、バイポーラ IC 用デバイスを作製する基板として、エピタキシャルシリコンウェーハが知られている。これは、p 型の低抵抗 ($0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ 程度) のシリコンウェーハに、単結晶シリコンからなる厚さ数 μm の n 型のエピタキシャル膜を気相成長させたものである。

[0003] 表面が鏡面仕上げされたシリコンウェーハは、チョクラスキー (CZ) 法により育成された単結晶シリコンインゴットをスライスし、得られたシリコンウェーハに面取り、ラッピング (研削加工)、エッチングを順次施し、その後、ウェーハ表面の研磨を行うことで製造される。

一般的な研磨方法によれば、シリコンウェーハの表面に 1 次研磨、2 次研磨、仕上げ研磨および各研磨段階後の洗浄が順次施される。研磨はその段階が移行する毎に、例えば研磨砥粒が微細化し、研磨布が低硬度化してウェーハ表面の面粗さが低い値となるようにウェーハ表面に多段の研磨処理が施される。

ところが、このような多段階にわたる精密な研磨方法では、各段階で研磨と洗浄とが繰り返されることから、より高硬度化された低抵抗ウェーハになるほど、その研磨時間が長くなっていた。その結果、シリコンウェーハの表面の平坦度が低下し、ウェーハ表面にピットが生じるとともに、シリコンウェーハの外周部にダレや周期的な凹凸が発生していた。また、1 次研磨、2 次研磨、仕上げ研磨などシリコンウェーハに対する多段研磨処理にコストがかかる問題があった。

[0004] そこで、これを解消する従来技術として、例えば特許文献1が知られている。これは、エッチング後のシリコンウェーハの表面に1次鏡面研磨のみを施し、その研磨面にエピタキシャル膜を気相成長させる技術である。1次鏡面研磨工程では、例えば、コロイダルシリカなどの遊離砥粒を含む研磨液が使用される。1次鏡面研磨面の粗さは、原子間力顕微鏡を利用し、 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域を測定したとき、RMS (Root Mean Square) 表示で0.3nm以上1.2nm以下であった。

[0005] 特許文献1：日本国特許第3120825号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、特許文献1の1次鏡面研磨で使用される研磨液には遊離砥粒が含まれている。そのため、1次研磨後のシリコンウェーハの表面は、原子間力顕微鏡による $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS表示で0.3nm以上の表面粗さであった。この数値は、今日の急速なデバイスの高集積化に対応するものとしては、十分とは言えない。しかも、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ という大きい測定面積域でのRMS値は非常に高く、その後のエピタキシャル膜の表面の粗さも非常に粗いものであった。

[0007] また、特許文献1で示されるような、遊離砥粒を含む研磨液を用いてウェーハ表面を1次鏡面研磨した場合、鏡面研磨中のメカニカル作用によりウェーハ表層部に新たな加工ダメージが導入されることになる。そのため、この1次鏡面研磨面には、概ね深さ5nm以上の加工ダメージが数多く発生し、酸化膜耐圧特性が低下するという問題があった。しかも、研磨液中の遊離砥粒の凝集を原因として、シリコンウェーハの1次鏡面研磨面には、マイクロスクラッチなどの加工起因の欠陥なども発生していた。これらの欠陥を原因として、1次鏡面研磨面には多数のLPD (Light Point Defects) が発生していた。このようなウェーハ表面にエピタキシャル膜を成膜すれば、エピタキシャル膜の表面で観察されるLPD密度が増大してしまうという問題があった。具体的には、直径300mmのシリコンウェー

ハ1枚当たりで、130nmサイズ以上のLPDが1000個以上も現出していた。

[0008] そこで、発明者は鋭意研究の結果、遊離砥粒を含まずに水溶性高分子が添加された研磨液を使用してシリコンウェーハの表面を鏡面研磨し、その後、ウェーハ表面にエピタキシャル膜を気相成長させれば、上述した問題は全て解消することを知見し、この発明を完成させた。

[0009] この発明は、シリコンウェーハの鏡面研磨された表面に発生する加工起因のLPDの密度を低減し、かつウェーハ表面の表面粗さを小さくすることにより、LPD密度が低く、表面粗さが小さいエピタキシャル膜を有したエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法を提供することを目的としている。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明は、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を用いて、シリコンウェーハの表面を鏡面研磨し、該鏡面研磨後、前記シリコンウェーハの鏡面化された表面にエピタキシャル膜を気相成長させるエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法である。

[0011] 特に、本発明では、前記鏡面研磨の前に、前記アルカリ性水溶液を主剤とする1次研磨液を用い、砥粒を介在させて、前記シリコンウェーハの表面に形成された酸化膜を除去する1次研磨を施し、前記鏡面研磨は、前記研磨液を2次研磨液とする2次研磨とした方が望ましい。

[0012] また、本発明では、前記アルカリ性水溶液に添加される前記水溶性高分子は、ヒドロキシエチルセルロースまたはポリエチレングリコールとした方が望ましい。

[0013] さらに、本発明では、前記水溶性高分子の濃度は、0.01ppm～1000ppmとした方が望ましい。

[0014] さらにまた、本発明では、前記アルカリ性水溶液はpH8～pH14に調整され、該アルカリ性水溶液は、アルカリ剤として塩基性アンモニア塩、塩基性カリウム塩、塩基性ナトリウム塩のうち、何れかが添加されたアルカリ性水溶液、または炭酸アルカリ性水溶液、またはヒドラジンが添加されたア

ルカリ性水溶液、またはアミンが添加されたアルカリ性水溶液とした方が望ましい。

[0015] また、本発明では、前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの表面の面粗さが、原子間力顕微鏡により $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS表示で $0.3\ \text{nm}$ 未満で、かつ原子間力顕微鏡により $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS表示で $0.3\ \text{nm}$ 以下となるようにした方が望ましい。

[0016] さらに、本発明では、前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの酸化膜耐圧特性評価が、T Z D B測定によるC + m o d e占有率で99%以上となるようにした方が望ましい。

発明の効果

[0017] 本発明によれば、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を用いて、エピタキシャル膜の成膜前のシリコンウェーハの表面に鏡面研磨を施す。このように、研磨液を、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加されたものとしたので、研磨中の研磨荷重の一部を水溶性高分子が受け、摩擦係数を小さくすることができる。その結果、酸化膜耐圧特性が優れ、かつマイクロクラッチなどの加工起因の欠陥発生などを大幅に低減させることができ、その後に形成されるエピタキシャル膜の表面のLPD密度を低減させることができる。また、遊離砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を用いてシリコンウェーハの表面を鏡面研磨することにより、 $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ 角および $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 角の測定面積域を測定した場合でも、どちらもRMS表示で $0.3\ \text{nm}$ 以下にすることができ、その後に形成されるエピタキシャル表面粗さ品質を高めることができる。

図面の簡単な説明

[0018] [図1] この発明に係る実施例1のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法のフローシートである。

[図2] この発明に係る実施例1のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法

に用いられる無サンギヤ方式の両面研磨装置の斜視図である。

[図3] この発明に係る実施例 1 のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法に用いられる無サンギヤ方式の両面研磨装置の要部縦断面図である。

[図4] この発明に係る実施例 1 のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法に用いられる気相エピタキシャル成長装置の要部拡大縦断面図である。

[図5] この発明に係る実施例 2 のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法のフローシートである。

[図6] この発明に係る実施例 2 のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法において、砥粒を含む研磨液と砥粒を含まない研磨液とを使用し、シリコンウェーハの表面を研磨した際の加工圧力と研磨レートとの関係を示すグラフである。

[図7] 本発明法の実施例 2 の条件で砥粒を含まない研磨液を使用してウェーハを研磨した場合と、2つの従来法の砥粒を含む研磨液を使用してウェーハを研磨した場合について、鏡面研磨後のシリコンウェーハ（PW）の酸化膜耐圧特性を評価したときの評価結果を示すグラフである。

[図8] 砥粒を含まない研磨液を用いて鏡面研磨（2次研磨）を施した本発明の実施例 2 のシリコンウェーハの表面と、このウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハの表面とのLPD分布図である。

[図9] 砥粒を含む研磨液を用いて鏡面研磨を施した従来のシリコンウェーハの表面と、このウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハの表面とのLPD分布図である。

[図10] 砥粒を含まない研磨液を用いて鏡面研磨を施した本発明の実施例 2 のシリコンウェーハ（PW）の表面と、このウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハ（EW）の表面とについて、原子間力顕微鏡により $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域を観察したときの面粗さを示す3次元グラフである。

[図11] 砥粒を含む研磨液を用いて鏡面研磨を施した従来のシリコンウェーハ

の表面と、このウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハの表面とについて、原子間力顕微鏡により $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域を観察したときの面粗さを示す 3 次元グラフである。

[図12] 砥粒を含まない研磨液を用いて鏡面研磨を施した本発明の実施例 2 のシリコンウェーハの表面と、このウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハの表面とについて、原子間力顕微鏡により $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域を観察したときの面粗さを示す 3 次元グラフである。

[図13] 砥粒を含む研磨液を用いて鏡面研磨を施した従来のシリコンウェーハの表面と、このウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハの表面とについて、原子間力顕微鏡により $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域を観察したときの面粗さを示す 3 次元グラフである。

符号の説明

- [0019] 10 エピタキシャルシリコンウェーハ、
 11 シリコンウェーハ。

発明を実施するための最良の形態

- [0020] 本発明は、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を用いて、シリコンウェーハの表面を鏡面研磨し、該鏡面研磨後、前記シリコンウェーハの鏡面化された表面にエピタキシャル膜を気相成長させるエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法である。

- [0021] 本発明によれば、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を使用し、エピタキシャル膜が成膜される直前のシリコンウェーハの表面に対して鏡面研磨を施す。これにより、鏡面研磨時のウェーハ表面はアルカリエッチングとエッチング部分の剥離とを繰り返すケミカル作用により鏡面研磨される。その結果、砥粒を用いた鏡面研磨のようなメカニカル作用による加工ダメージの発生を回避することができ、酸化膜耐圧特性が非常に優れたウェーハとすることができる。しかも、砥粒を使用しない研磨であるため、砥粒凝集に起因したマイクロスクラッチなどの加工起因の欠陥

発生などを大幅に低減可能で、その後に形成されるエピタキシャル膜の表面に発生するLPDの密度も低減することができる。

[0022] また、研磨液を、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加されたものとしたので、研磨中の研磨荷重の一部を水溶性高分子が受け、摩擦係数を小さくすることができる。その結果、原子間力顕微鏡を用いて $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ という小さい測定面積域でのRMS値だけでなく、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ という大きい測定面積域でのRMS値も低減することができ、表面粗さ品質に優れたエピタキシャル膜を有するエピタキシャルシリコンウェーハを製造することができる。

さらに、アルカリ性水溶液に水溶性高分子を添加したことで、キャリアプレートの弾性変形が抑制され、キャリアプレートから発生する騒音を低減させることができる。さらに、砥粒を使用しないので、シリコンウェーハの外周部に研磨液中の砥粒が密集し易いことにより、ウェーハ外周部の研磨が過度に進行し、外周ダレが発生するおそれも低減させることができる。

[0023] 本発明において、前記鏡面研磨の前に、前記アルカリ性水溶液を主剤とする1次研磨液を用い、砥粒を介在させて、前記シリコンウェーハの表面に形成された酸化膜を除去する1次研磨を施し、前記鏡面研磨は、前記研磨液を2次研磨液とする2次研磨とした方が望ましい。

本発明では、1次研磨および2次研磨のみを実施し、仕上げ研磨を省略してエピタキシャルシリコンウェーハを製造することができるので、研磨工程が簡略化してエピタキシャルシリコンウェーハの生産性が高まり、コストダウンが可能となる。しかも、遊離砥粒を含む1次研磨のみを施した場合に比べて、鏡面研磨されたウェーハ表面に発生する加工起因のLPDの密度を低減し、ウェーハ表面の表面粗さを小さくすることができる。

[0024] さらに、2次研磨の前処理である1次研磨時に、砥粒を介在させて酸化膜をメカニカル作用により短時間で除去するので、2次研磨時において、アルカリ性水溶液を使用した酸化エッチングと酸化物の剥離を繰り返すケミカル作用による鏡面研磨を、高い研磨レートで行うことができる。すなわち、1

次研磨前のシリコンウェーハの表面には一般的に自然酸化膜が存在し、この自然酸化膜をアルカリ性水溶液のみを使用する２次研磨のケミカルな研磨だけで除去することは困難である。そこで、２次研磨の前に砥粒を使用する１次研磨を施すことで、自然酸化膜を短時間で除去することができる。

[0025] １次研磨時において、「砥粒を介在させて、シリコンウェーハの表面に形成された酸化膜を１次研磨により除去する」とは、（１）砥粒（遊離砥粒）を含む１次研磨液を使用し、かつ砥粒を含まない研磨布を用いて研磨するか、（２）砥粒を含まない１次研磨液を使用し、かつ砥粒（固定砥粒）が固定された研磨布を用いて研磨するか、（３）砥粒を含む１次研磨液を使用し、かつ砥粒を含む研磨布を用いて研磨することをいう。また、１次研磨後の２次研磨時に用いられる研磨液は、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液である。

砥粒（遊離砥粒および固定砥粒）の素材としては、例えばダイヤモンド、シリカ（コロイダルシリカ）、 SiC などを採用することができる。

砥粒（遊離砥粒および固定砥粒）の粒径（平均粒径）は、 $5 \sim 200 \text{ nm}$ である。 5 nm 未満では、研磨レートが低く、酸化膜の除去に長時間を要する。また、 200 nm を超えれば、酸化膜が除去されたシリコンウェーハの研磨面にキズが発生し易い。砥粒の好ましい粒径は、 $10 \sim 100 \text{ nm}$ である。この範囲であれば、酸化膜が除去されたシリコンウェーハの研磨面にキズが発生し難く、しかも高い研磨レートを維持することができる。

酸化膜としては、自然酸化膜（ SiO_2 ）、熱酸化膜などが挙げられる。酸化膜の厚さは、自然酸化膜の場合で $5 \sim 20 \text{ \AA}$ である。

[0026] 本発明において、前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの酸化膜耐圧特性評価が、TZDB測定によるC+mode占有率で99%以上となるようにした方が望ましい。

一般的に、シリコンウェーハの表面の加工ダメージの有無を評価する手法として、TZDB測定によるCモード評価により、ウェーハの良品、不良品の判定が行われる。しかしながら、例えば、Cモード評価で99%以上と判

定されたシリコンウェーハであっても、より厳しいC+mode占有率で評価した場合には、その占有率が大きく低下し、酸化膜耐圧特性が低いことが明らかとなった。このため、C+mode占有率を99%以上、さらに100%であるような優れた酸化膜耐圧特性を有することは極めて重要である。

[0027] 本発明では、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を使用することで、砥粒凝集などのメカニカル的な要因で発生する傷などの加工ダメージを効果的に低減することができ、マイクロスクラッチなどの加工起因の欠陥発生も低減させることができる。そのため、TZDB測定によるC+mode占有率は99%以上となり、ほぼ合格率100%のものとすることができる。これにより、エピタキシャル膜の表面でのLPD密度を大幅に低減することができる。

なお、酸化膜耐圧（GOI；Gate Oxide Integrity）特性とは、シリコンウェーハの表面に酸化膜（ゲート酸化膜）と電極を形成してMOS（Metal Oxide Semiconductor）構造を作製した後、電極に電圧を印加して酸化膜を破壊させ、ブレイクダウン電圧や電流を測定するものである。

[0028] 本発明で採用するTZDB（Time Zero Dielectric Breakdown）評価によるC+mode占有率とは、以下の測定条件により算出されたものである。

<測定条件>

ウェーハ表面にゲート酸化膜厚25nmの酸化膜を形成し、この酸化膜の表面にゲート電極面積10mm²のポリシリコン電極を形成して、各電極にステップ電圧印加法（SV法）により電圧を印加する。0.5MV/cmステップ（各ステップの電圧印加時間：200msec）刻みで電圧を増大させ、8MV/cm以上の電圧を印加したとき、酸化膜を通して流れる電流密度が10μA/cm²以下で、かつ、その後、印加する電圧を一旦、0MV/cmに降下させた後、再び2MV/cmの電圧を印加したとき、酸化膜を通して流れる電流密度が1μA/cm²以下のセルをC+modeと呼び、このC

+mode 個数の割合が C+mode 占有率である。

[0029] また、本発明において、前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの表面の面粗さは、原子間力顕微鏡により $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS 表示で 0.3nm 未満となるようにすることが望ましい。さらに、前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの表面の面粗さは、原子間力顕微鏡による $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS 表示で 0.3nm 以下となるようにすることが望ましい。これにより、その後に形成されるエピタキシャル膜の表面粗さの品質を高めることができる。

本発明では、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を用いてシリコンウェーハの表面を鏡面研磨することにより、 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ 角および $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ 角の測定面積域を測定した場合でも、どちらも RMS 表示で 0.3nm 以下にすることができ、その後に形成されるエピタキシャル表面粗さ品質を高めることができる。

[0030] シリコンウェーハとしては、例えば単結晶シリコンウェーハ、多結晶シリコンウェーハなどを採用することができる。

シリコンウェーハの直径としては、例えば 100mm 、 125mm 、 150mm 、 200mm 、 300mm 、 450mm などが挙げられる。

アルカリ性水溶液（1次研磨時のアルカリ性水溶液を含む）としては、 $\text{pH}8 \sim \text{pH}14$ の範囲内に調整したアルカリ性水溶液を用いることが望ましい。アルカリ性水溶液が $\text{pH}8$ 未満では、エッチング作用が低くなりすぎてしまい、シリコンウェーハの表面にスクラッチ、傷などの加工起因の欠陥が発生し易くなる。また、強塩基水溶液のように $\text{pH}14$ を超えれば、研磨液の取り扱いが困難になる。アルカリ剤（ pH 調整剤）としては、アンモニア水溶液、水酸化カリウムや水酸化ナトリウムの水酸化アルカリ性の水溶液、炭酸アルカリ性の水溶液を採用することができる。その他、ヒドラジンやアミン類の水溶液を採用することができる。研磨レートを高める観点から、特にアミンを用いることが望ましい。

[0031] 前記アルカリ性水溶液に添加する水溶性高分子としては、ヒドロキシエチ

ルセルロース、ポリエチレングリコールを使用することが望ましい。特に、ヒドロキシエチルセルロースは、高純度のものを比較的容易に入手でき、分子量が大きいため、研磨パッドとキャリアプレートとの間でベアリング的な機能を果たし、摩擦係数をより効率良く低下させることができる。

また、前記アルカリ性水溶液に添加される水溶性高分子の濃度は、0.01 ppm～1000 ppmの範囲に調整することが望ましい。水溶性高分子の濃度が0.01 ppm未満では、研磨時の摩擦が大きくなり過ぎてしまい、鏡面研磨したウェーハ表面に加工起因の欠陥を生じてしまうおそれがある。また、1000 ppmを超えれば、研磨レートが極端に低下し、鏡面研磨処理に多大な時間を要することになる。

[0032] また、研磨液に含まれる金属イオンを除去する観点から、研磨液中にキレート (che l a t e) 剤を添加することが望ましい。キレート剤の添加により、金属イオンが捕獲、錯体化され、その後、これを廃棄することで、研磨後のシリコンウェーハの金属汚染の度合いを低減することができる。キレート剤としては、金属イオンに対するキレート能力を有する物質であれば任意である。キレートとは、複数の配位座を有する配位子による金属イオンへの結合 (配位) をいう。

キレート剤の種類としては、例えばホスホン酸系キレート剤、アミノカルボン酸系キレート剤などを採用することができる。ただし、アルカリ性水溶液への溶解性を考慮した場合には、アミノカルボン酸系キレート剤が好ましい。さらに、重金属イオンのキレート能力を考慮した場合には、エチレンジアミン四酢酸EDTA (E t h y l e n e D i a m i n e T e t r a a c e t i c A c i d) またはジエレントリアミン五酢酸DTPA (D i e t h y l e n e T r i a m i n e P e n t a a c e t i c A c i d) などのアミノカルボン酸塩がより好ましい。その他、ニトリロ三酢酸 (N T A) でもよい。キレート剤は0.1 ppm～1000 ppmの濃度範囲で添加することがよく、これにより、Cu、Zn、Fe、Cr、Ni、Alなどの金属イオンなどを捕獲することができる。

[0033] 鏡面研磨に使用される研磨布（１次研磨用の研磨布も同じ）としては、例えば硬度（ＪＩＳ－Ａ）が $75^{\circ} \sim 85^{\circ}$ 、圧縮率が $2 \sim 3\%$ 、ウレタン型のものを採用することができる。また、研磨布の素材としては、ポリウレタンが望ましく、特に、シリコンウェーハの表面の鏡面化精度に優れる発泡性ポリウレタンを用いることが望ましい。その他、スエードタイプのポリウレタンやポリエステル製の不織布なども採用することができる。

ウェーハ表面に対するその他の鏡面研磨条件としては、例えば、研磨レートが $0.1 \sim 0.6 \mu\text{m}/\text{分}$ 、研磨量が $5 \sim 20 \mu\text{m}$ 、研磨荷重が $200 \sim 300 \text{g}/\text{cm}^2$ 、研磨時間が $10 \sim 90$ 分、研磨中の研磨液の温度が $20 \sim 30^{\circ}\text{C}$ を例示することができる。鏡面研磨時の研磨レートが $0.1 \mu\text{m}/\text{分}$ 未満では、研磨レートが低く、研磨に長時間を要する。

また、鏡面研磨の前に遊離砥粒を含む１次研磨を行う場合、その１次研磨条件は、研磨レートが $0.05 \sim 0.6 \mu\text{m}/\text{分}$ 、研磨量が $0.05 \sim 2 \mu\text{m}$ である。 $0.05 \mu\text{m}$ 未満では、酸化膜除去が不十分で部分的な酸化膜の残渣が懸念される。また、 $2 \mu\text{m}$ を超えれば、シリコンウェーハの表面に、砥粒によるメカニカルダメージの発生が懸念される。

鏡面研磨（１次研磨時も同じ）でのシリコンウェーハに対する面圧は、 $50 \sim 500 \text{g}/\text{cm}^2$ である。 $50 \text{g}/\text{cm}^2$ 未満では、研磨レートが低く、研磨に長時間を要する。また、 $500 \text{g}/\text{cm}^2$ を超えれば、シリコンウェーハの研磨面にキズが発生し易い。

[0034] シリコンウェーハの鏡面研磨は、枚葉式の研磨装置を使用しても、複数枚のシリコンウェーハを同時に研磨するバッチ式の研磨装置を使用してもよい。

また、シリコンウェーハの研磨は、表面のみの片面研磨でも、ウェーハ表裏面を同時に研磨する両面研磨でもよい。両面研磨装置としては、サンギヤ（遊星歯車）方式のもの、または、キャリアプレートに自転をともしない円運動をさせてシリコンウェーハの表裏両面を同時に研磨する無サンギヤ方式のものを採用することができる。特に、両面研磨装置を用いれば、一度の

研磨処理でウェーハ表面だけでなくウェーハ裏面の高平坦化までを達成することができ、低コストで高平坦度なエピタキシャルウェーハの提供に有効となる。

[0035] さらに、同一の鏡面研磨処理条件でウェーハ表面を最後まで鏡面研磨（２次研磨）してもよい。また、同一の研磨装置内で、薬液組成や研磨条件を変更した鏡面研磨を複数回実施してもよい。多段の鏡面研磨を実施する場合には、例えば、鏡面研磨の初期は、スライス、研削加工などで導入されたウェーハ表層部の加工ダメージを素早く除去するように、アルカリ水溶液や水溶性高分子などの薬液の濃度や研磨定盤の回転数を制御して研磨レートが高い条件で研磨する。その後、各面の研磨条件を変更して、鏡面研磨時にウェーハ表層部に新たな加工ダメージが導入されないように、研磨レートが低い条件を採用して研磨するようにしてもよい。

[0036] 鏡面研磨されたシリコンウェーハは、シリコンウェーハの表面に付着した薬液やパーティクルを除去するため、エピタキシャル成長処理前に洗浄処理が施される。

この洗浄処理としては、公知の繰り返しＳＣ１洗浄、オゾンとフッ酸との混合溶液による洗浄あるいはオゾン水洗浄とフッ酸溶液洗浄とを交互に行う繰り返し洗浄などを採用することができる。その際に用いる各洗浄液の液種、濃度、処理時間などは、成長させるエピタキシャル膜に汚染が生じず、パーティクルの除去ができるように、シリコンウェーハの表面を０．２～１０ｎｍ程度除去できる洗浄条件であればよい。

[0037] エピタキシャル膜の素材としては、例えば単結晶シリコン、多結晶シリコンなどを採用することができる。

エピタキシャル膜の気相エピタキシャル成膜方法としては、例えば常圧気相エピタキシャル法、減圧気相エピタキシャル法、有機金属気相エピタキシャル法などを採用することができる。気相エピタキシャル法では、例えばエピタキシャルシリコンウェーハを横置き状態（表裏面が水平な状態）でウェーハ収納部に収納する、平面視して円形で、ウェーハが１枚または複数枚載

置可能なサセプタが使用される。気相エピタキシャル法は、ウェーハと同じ素材をエピタキシャル成長させるホモエピタキシでも、ウェーハと異なる素材をエピタキシャル成長させるヘテロエピタキシでもよい。なお、エピタキシャル膜の性状はウェーハ表面性状の影響を大きく受けるので、ある程度の厚み以上の膜厚が必要である。例えば、 $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 厚みのエピタキシャル膜を形成することが望ましい。

実施例 1

[0038] 以下、この発明の実施例を具体的に説明する。ここでは、バイポーラIC用デバイスを作製するエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法について説明する。

[0039] 図1～図4を参照して、この発明の実施例1に係るエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法を説明する。

図1のフローシートを参照して、実施例1のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法は、結晶引き上げ工程、結晶加工工程、スライス工程、面取り工程、ラッピング工程、エッチング工程、鏡面研磨工程、洗浄工程、エピタキシャル成長工程、最終洗浄工程を備えている。

[0040] 以下、前記各工程を具体的に説明する。

結晶引き上げ工程では、坩堝内でボロンが所定量ドーピングされたシリコンの熔融液から、チョクラルスキー法により直径 306mm 、直胴部の長さが 2500mm 、比抵抗が $0.01\Omega \cdot \text{cm}$ 、初期酸素濃度 $1.0 \times 10^{18} \text{atoms/cm}^3$ の単結晶シリコンインゴットが引き上げられる。

[0041] 次に、結晶加工工程では、1本の単結晶シリコンインゴットが、複数の結晶ブロックに切断された後、各結晶ブロックの外周研削が行われる。具体的には、 $\#200$ の砥粒(SiC)を含むレジノイド研削砥石を有した外周研削装置により、結晶ブロックの外周部が 6mm だけ外周研削される。これにより、各結晶ブロックが円柱状に成形される。

スライス工程では、三角配置された3本のグルーブローラにワイヤが巻掛けられたワイヤソーが用いられる。ワイヤソーによりシリコン単結晶から、

直径300mm、厚さ775 μ mの多数枚のシリコンウェーハがスライスされる。

[0042] 次の面取り工程では、回転中の面取り用砥石をシリコンウェーハの外周部に押し付けて面取りする。

ラッピング工程では、両面ラッピング装置によりシリコンウェーハの両面を同時にラッピングする。すなわち、シリコンウェーハの両面を所定速度で回転中の上下のラップ定盤間でラッピングする。

エッチング工程では、エッチング槽内の酸性エッチング液に、ラッピング後のシリコンウェーハを浸漬してエッチングし、面取りおよびラッピングによるダメージやシリコンウェーハの表面の自然酸化膜を除去する。シリコンウェーハの表面に酸化膜が付いた状態で、砥粒を含まない研磨液を使用して鏡面研磨すれば、研磨初期の加工レートが小さくなってしまうため、予めシリコンウェーハの表面の酸化膜をエッチングで除去しておくことが有効となる。

[0043] 鏡面研磨工程では、無サンギヤ方式の両面研磨装置を用い、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を使用して、シリコンウェーハの両面を同時に鏡面研磨する。

以下、図2および図3を参照して、無サンギヤ方式の両面研磨装置を具体的に説明する。

図2および図3に示すように、両面研磨装置の上定盤120は、上方に延びた回転軸12aを介して、上側回転モータ16により水平面内で回転駆動される。また、上定盤120は軸線方向へ進退させる昇降装置18により垂直方向に昇降させられる。昇降装置18は、シリコンウェーハ11をキャリアプレート110に給排する際等に使用される。なお、上定盤120および下定盤130のシリコンウェーハ11の表裏両面に対する押圧は、上定盤120および下定盤130に組み込まれた図示しないエアバック方式等の加圧手段により行われる。下定盤130は、その出力軸17aを介して、下側回転モータ17により水平面内で回転させられる。キャリアプレート110は

、そのプレート 110 自体が自転しないように、キャリア円運動機構 19 によって、そのプレート 110 の表面と平行な面（水平面）内で円運動する。

[0044] キャリア円運動機構 19 は、キャリアプレート 110 を外方から保持する環状のキャリアホルダ 20 を有している。キャリア円運動機構 19 とキャリアホルダ 20 とは、連結構造を介して連結されている。

キャリアホルダ 20 の外周部には、 90° ごとに外方へ突出した 4 個の軸受部 20 b が配設されている。各軸受部 20 b には、小径円板形状の偏心アーム 24 の上面の偏心位置に突設された偏心軸 24 a が挿着されている。また、これら 4 個の偏心アーム 24 の各下面の中心部には、回転軸 24 b が垂設されている。各回転軸 24 b は、環状の装置基体 25 に 90° ごとに合計 4 個配設された軸受部 25 a に、それぞれ先端部を下方へ突出させた状態で挿着されている。各回転軸 24 b の下方に突出した先端部には、それぞれスプロケット 26 が固着されている。各スプロケット 26 には、一連にタイミングチェーン 27 が水平状態で架け渡されている。これらの 4 個のスプロケット 26 とタイミングチェーン 27 とは、4 個の偏心アーム 24 が同期して円運動を行うように、4 本の回転軸 24 b を同時に回転させる。

[0045] 4 本の回転軸 24 b のうち、1 本の回転軸 24 b はさらに長尺に形成されており、その先端部がスプロケット 26 より下方に突出されている。この部分に動力伝達用のギヤ 28 が固着されている。ギヤ 28 は、円運動用モータ 29 の上方へ延びる出力軸に固着された大径な駆動用のギヤ 30 に噛合されている。

したがって、円運動用モータ 29 を起動すれば、その回転力は、ギヤ 30、28 および長尺な回転軸 24 b に固着されたスプロケット 26 を介してタイミングチェーン 27 に伝達され、タイミングチェーン 27 が周転することで、他の 3 個のスプロケット 26 を介して、4 個の偏心アーム 24 が同期して回転軸 24 b を中心に水平面内で回転する。これにより、各偏心軸 24 a に一括して連結されたキャリアホルダ 20、ひいてはこのホルダ 20 に保持されたキャリアプレート 110 が、このプレート 110 に平行な水平面内で

、自転をともなわない円運動を行う。

[0046] すなわち、キャリアプレート 110 は上定盤 120 および下定盤 130 の軸線 e から距離 L だけ偏心した状態を保って旋回する。両定盤 120, 130 の各対向面には、硬度 (J I S - A) が 80°、圧縮率が 2.5% のウレタン型の研磨布 15 が貼張されている。

この距離 L は、偏心軸 24 a と回転軸 24 b との距離と同じである。この自転を伴わない円運動により、キャリアプレート 110 上の全ての点は、同じ大きさ (半径 r) の小円の軌跡を描く。これにより、キャリアプレート 110 に形成されたウェーハ収納部 11 a に収納されたシリコンウェーハ 11 が、両研磨定盤 120, 130 の回転方向を反対とし、研磨定盤 120, 130 の回転速度、研磨圧、研磨時間などを調整して、研磨量が片面 6 μ m (両面 12 μ m) となるように両面同時鏡面研磨を施した。この両面研磨時、両研磨布 15 には、pH が 10.5 のアミン水溶液 (アルカリ性水溶液) にヒドロキシエチルセルロース (水溶性高分子) が 100 ppm 添加された砥粒を含まない研磨液を使用した。

[0047] このように、鏡面研磨用の研磨液として、砥粒を含まないアミン水溶液にヒドロキシエチルセルロースが添加されたものを採用したので、研磨中の研磨荷重の一部をヒドロキシエチルセルロースが受け、摩擦係数を小さくすることができる。その結果、酸化膜耐圧特性が優れ、かつマイクロスクラッチなどの加工起因の欠陥発生などを大幅に低減させることができ、その後に形成されるエピタキシャル膜の表面の LPD の密度を低減することができる。また、シリコンウェーハ 11 の表面の表面粗さを小さくでき、その後に形成されるエピタキシャル膜の表面粗さの品質を高めることができる。

[0048] また、アミンの水溶液にヒドロキシエチルセルロースを添加したことで、キャリアプレート 110 の弾性変形が抑制され、キャリアプレート 110 から発生する騒音も低減することができる。さらには、シリコンウェーハ 11 の外周部に研磨液中の砥粒が密集し易いことに起因して、シリコンウェーハ 11 の外周部の研磨が過度に進行し、外周ダレが発生するおそれも低減する

ことができる。

さらに、この研磨液のアルカリ性水溶液に対して、ジエチレントリアミン五酢酸（DTPA；キレート剤）を添加してもよい。キレート剤の添加により、研磨液に含まれる銅イオンなどの金属イオンをキレート剤が捕獲、錯体化して、研磨後のシリコンウェーハの金属汚染の度合いを低減することができる。

鏡面研磨されたシリコンウェーハ11には、洗浄工程が施される。ここでは、各シリコンウェーハ11に対して、アルカリ溶液と酸溶液とを使用したSC1洗浄が行われる。

[0049] 次に、図4を参照して、枚葉式の気相エピタキシャル成長装置を用いたエピタキシャル成長工程を具体的に説明する。

図4に示すように、気相エピタキシャル成長装置60は、上下にヒータが配設されたチャンバの中央部に、平面視して円形で、シリコンウェーハ11が1枚載置できるサセプタ61が水平配置されたものである。サセプタ61は、カーボン製の基材をSiCによりコーティングしたものである。

サセプタ61の上面の内周部には、シリコンウェーハ11を横置き状態（表裏面が水平な状態）で収納する凹形状のザグリ（ウェーハ収納部）62が形成されている。ザグリ62は、周壁62aと、幅6mmの平面視して環状の段差62bと、底板（ザグリの底壁面）62cとからなる。

チャンバの一側部には、チャンバの上部空間に、所定のキャリアガス（ H_2 ガス）と所定のソースガス（ $SiHCl_3$ ガス）とを、ウェーハ表面に対して平行に流すガス供給口が配設されている。また、チャンバの他側部には、ガスの排気口が形成されている。

[0050] エピタキシャル成長時には、シリコンウェーハ11をザグリ62に、ウェーハ表裏面を水平にして横置きする。次に、シリコンウェーハ11の表面の自然酸化膜やパーティクルの除去を目的として、チャンバ内に水素ガスを供給し、 $1150^{\circ}C$ の温度で60秒間の水素ベークを行う。その後、水素ガスに代えてキャリアガス（ H_2 ガス）とソースガス（ $SiHCl_3$ ガス）とをチ

ャンバ内に供給し、シリコンウェーハ 11 の表面にエピタキシャル膜 12 を成長させる。すなわち、キャリアガスとソースガスとを、対応するガス供給口を通して反応室へ導入する。炉内圧力を $100 \pm 20 \text{ KPa}$ とし、 $1000^\circ\text{C} \sim 1150^\circ\text{C}$ の高温に熱せられたシリコンウェーハ 11 上に、ソースガスの熱分解または還元によって生成されたシリコンを、反応速度 $3.5 \sim 4.5 \mu\text{m}/\text{分}$ で析出させる。これにより、シリコンウェーハ 11 の表面上にシリコン単結晶の厚さ $10 \mu\text{m}$ 程度のエピタキシャル膜 12 が成長する。こうして、エピタキシャルシリコンウェーハ 10 が作製される。

最終洗浄工程では、外観検査直後の各エピタキシャルシリコンウェーハ 10 が最終洗浄される。具体的には、各エピタキシャルシリコンウェーハ 10 に対して、アルカリ溶液と酸溶液とを使用した洗浄が行われる。

実施例 2

[0051] 次に、図 5 ～ 図 13 を参照して、この発明の実施例 2 に係るエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法を説明する。

図 5 のフローシートに示すように、実施例 2 のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法は、結晶引き上げ工程、結晶加工工程、スライス工程、面取り工程、ラッピング工程、エッチング工程、1 次研磨工程、洗浄工程、2 次研磨工程（鏡面研磨）、洗浄工程、エピタキシャル成長工程、最終洗浄工程を備えている。

1 次研磨工程では、実施例 1 の鏡面研磨用の無サンギヤ方式の両面研磨装置を用い、キャリアプレート 110 に形成されたウェーハ収納部 11a に収納されたシリコンウェーハ 11 が、両研磨定盤 120, 130 の回転方向を反対とし、研磨定盤 120, 130 の回転速度、研磨圧、研磨時間などを調整して、研磨量が片面 $0.5 \mu\text{m}$ （両面 $1 \mu\text{m}$ ）となるように、両面同時 1 次研磨を行う。この両面 1 次研磨時、両研磨布 15 には、 pH が 10.5 のアミン水溶液に、平均粒径が 70 nm のコロイダルシリカ粒子が 3 重量% 添加された 1 次研磨液が供給される。

[0052] このように、1 次研磨用の研磨液として、砥粒を含むアミン水溶液が添加

されたものを採用したので、砥粒を介在させない２次研磨の前処理として、シリコンウェーハ１１の表裏面に存在する各１０Å程度の自然酸化膜を砥粒のメカニカル作用によって短時間で除去することができる。これにより、２次研磨において、アルカリ性水溶液を使用したアルカリエッチングとエッチング部分の剥離を繰り返すケミカル作用による鏡面研磨を、高い研磨レートで行うことができる。

すなわち、エッチング後、所定時間が経過した後に行われる１次研磨では、一般的にウェーハ表面に自然酸化膜が存在する。砥粒が存在しないケミカルな２次研磨だけで自然酸化膜を除去することは困難である。これは、アルカリ性水溶液のみの研磨液による研磨を行った場合、仮に加工圧力（研磨圧力）を高めても研磨レートはほとんど０に等しいことから明らかである（図６）。そこで、実施例２では、２次研磨の前に砥粒を用いた１次研磨を行うようにした。これにより、自然酸化膜の除去時間を短縮し、エピタキシャルシリコンウェーハの生産性の低下を防ぐことができる。

１次研磨工程後の洗浄工程では、１次研磨されたシリコンウェーハ１１に対して、アルカリ溶液と酸溶液とを使用したＳＣ１洗浄が行われる。

[0053] その後、２次研磨工程（実施例１の鏡面研磨工程に該当）において、１次研磨で使用された無サングヤ方式の両面研磨装置を用い、砥粒を含まないアミン水溶液（アルカリ性水溶液）にヒドロキシエチルセルロース（水溶性高分子）が添加された２次研磨液（実施例１の研磨液に該当）を使用し、洗浄後のシリコンウェーハ１１の表裏面を２次研磨（実施例１の鏡面研磨に該当）する。すなわち、キャリアプレート１１０のウェーハ収納部１１ａに収納されたシリコンウェーハ１１が、両研磨定盤１２０、１３０の回転方向を反対とし、研磨定盤１２０、１３０の回転速度、研磨圧、研磨時間などを調整して、研磨量が片面６μm（両面１２μm）となるように、両面同時の２次研磨を行う。この２次研磨時、両研磨布１５には、ｐHが１０．５のアミン水溶液に、ヒドロキシエチルセルロースが１００ppm添加された２次研磨液が供給される。

2次研磨後、シリコンウェーハ11には洗浄が施される。ここでは、各シリコンウェーハ11に対して、アルカリ溶液と酸溶液とを使用したSC1洗浄が行われる。

[0054] このように、1次研磨および2次研磨のみを実施し、仕上げ研磨を省略してエピタキシャルシリコンウェーハ10を製造できるように構成したので、研磨工程が簡略化してエピタキシャルシリコンウェーハ10の生産性が高まり、コストダウンが可能となる。しかも、従来の遊離砥粒を含む1次研磨のみを施した場合に比べて、2次研磨されたウェーハ表面に発生する加工起因のLPDの密度を低減し、ウェーハ表面の表面粗さを小さくすることができる。

その他の構成、作用および効果は、実施例1から推測可能な範囲であるので説明を省略する。

[0055] 次に、図7を参照して、本発明法の実施例2の条件に則って、1次研磨後に砥粒を含まない2次研磨を行った場合と、一般的な1次研磨、2次研磨および3次研磨（仕上げ研磨）を順次実施した場合（従来法1）と、砥粒（コロイダルシリカ）を含む1次研磨のみを行った場合（従来法2）とについて、鏡面研磨後のシリコンウェーハ（PW）の酸化膜耐圧特性（TZDB測定によるC+mode占有率）を評価した結果を報告する。ここでの結果は、いずれもSC1洗浄後の評価結果である。洗浄条件は、 $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 2 : 7$ の容量比で混合して調製したSC1洗浄液を用い、各ウェーハ表面を4nm除去する洗浄である。

図7のグラフから明らかなように、砥粒を含む研磨液を使用した従来法2では、C+mode占有率は30%未満であった。これに対して、砥粒を含む1次研磨によりウェーハ表面の自然酸化膜を除去後、砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を使用する本発明法では、そのC+mode占有率は、1～3次研磨を施す一般的な従来法1とほぼ同程度の99.7%であった。

[0056] 次に、図8および図9のLPD分布図を参照して、本発明（実施例2）法

の（図 8）と従来法（図 9）とに則り、シリコンウェーハ（PW）の表面を鏡面研磨した際のウェーハ 1 枚当たりの LPD の個数、または、各鏡面研磨面に成膜されたエピタキシャル膜の表面に存在するウェーハ 1 枚当たりの LPD の個数（何れも 130 nm 以上をカウント）を、パーティクルカウンタにより測定した結果を報告する。ここで、本発明法とは、実施例 2 の条件で、シリコンウェーハの表面に対する 1 次研磨時に砥粒を含む研磨液を使用し、かつ 2 次研磨時に砥粒を含まない研磨液を使用して 2 段階研磨する方法である。また、従来法とは、砥粒を含むアルカリ性水溶液の研磨液を使用した 1 次研磨のみを施す方法である。

各図とも、左側がシリコンウェーハ（PW）の結果を示し、右側がエピタキシャルシリコンウェーハ（EW）の結果を示す。ここでの結果は、何れもウェーハ表面を SC1 洗浄した後の評価結果である。このときの洗浄条件は、 $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 2 : 7$ の容量比で混合して調製した SC1 洗浄液を用い、各表面を 4 nm 除去する条件である。

[0057] LPD の測定装置には、KLA Tencor 社製の Surfscan SP2 の「SP2XP」を採用した。このパーティクルカウンタは、試料ウェーハの表面に対して 20° の斜方から照射されたレーザ光の散乱光のフォトンコレクタにより集光し、得られたフォトン光電子増倍管により増幅して電気信号に変換する。その後、電気信号を散乱強度に変換し、閾値以上の散乱光をキャリブレーションカーブに従って所定サイズに変換するものである。ここでの測定値は、ウェーハ 5 枚の平均値とした。

[0058] 測定の結果、本発明法の砥粒を介在させた 1 次研磨後、砥粒を介在させない 2 次研磨が行われたシリコンウェーハの表面において、LPD の検出数は 142.60 個/wf（図 8 の PW）で、エピタキシャルシリコンウェーハの表面の LPD の検出数は 2.7500 個/wf であった（図 8 の EW）。一方、従来法の砥粒を含む研磨液を使用して鏡面研磨されたシリコンウェーハの表面の LPD の検出数は 1851.00 個/wf（図 9 の PW）で、エピタキシャルシリコンウェーハの表面の LPD の検出数は 10.5000 個

／w fであった（図9のEW）。

[0059] 図8および図9のLPD分布図から明らかなように、砥粒を介在させた1次研磨後、砥粒を介在させない2次研磨を行う本発明の方が、砥粒を含む研磨液を使用した1次研磨のみの従来法に比べて、シリコンウェーハの鏡面研磨面のLPDの発生数およびこの鏡面研磨面に成膜されたエピタキシャル膜の表面のLPDの発生数は減少した。なお、図8の本発明法のシリコンウェーハ（PW）のLPD評価結果において、僅かながらもLPDが観察されたが、先の実験結果で示したように、このシリコンウェーハ（PW）の酸化膜耐圧特性（TZDB測定によるC+mode占有率）はほぼ100%（図7）であることから、図8で観察されたLPDは加工ダメージなどの加工起因のLPDではなく、パーティクルであると考えられる。仮に加工起因のLPDであったとしても、C+mode占有率に影響を与えない非常にサイズの小さな加工ダメージであると特定することができ、エピタキシャル膜の表面品質に影響を与えるおそれは少ない。

[0060] 次に、図10～図13を参照して、本発明（実施例2）法（図10および図12）と従来法（図11および図13）とに則り、シリコンウェーハ（PW）の表面と、エピタキシャル成長後のエピタキシャルシリコンウェーハ（EW）の表面とについて、原子間力顕微鏡により $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域（図10および図11）、または、 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域（図12および図13）を観察したときの各面粗さを報告する。なお、ここで示す結果は、シリコンウェーハ（PW）およびエピタキシャルシリコンウェーハ（EW）の何れも、その表面をSC1洗浄した後の評価結果である。このときの洗浄条件は、 $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 2 : 7$ の容量比で混合して調製したSC1（Standard Cleaning 1）洗浄液を用い、各表面を4nm除去する洗浄である。

[0061] 面粗さ（ラフネス）の観察には、Veeco社製の原子間力顕微鏡である「マルチモードAFM」を採用した。この装置は、カチレバーを共振周波数近傍（振幅20～100nm）で加振させ、試料ウェーハの表面にカチレバ

一を断続的に接触させながらウェーハ表面の凹凸を観察するタッピングAFMである。その力検出モードはダイナミック、分解能は1nm、試料ウェーハに作用する力は大気中で0.1~1nN、測定ポイントは1point/wf (Center)で、粗さ指標(高さ方向の振幅平均パラメータ)は、二乗平均平方根粗さ(旧RMS)である。

[0062] 観察の結果、本発明法の1次、2次の2段研磨に則って鏡面研磨されたシリコンウェーハの表面において、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.277nm(図10のPW)であった。また、エピタキシャルシリコンウェーハの表面の同一測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.100nmであった(図10のEW)。

一方、従来法の砥粒を含む研磨液を使用して1次鏡面研磨されたシリコンウェーハの表面において、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.458nm(図11のPW)であった。また、エピタキシャルシリコンウェーハの表面の同一測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.132nmであった(図11のEW)。

図10および図11から明らかなように、前記2段研磨を施す本発明法の方が、遊離砥粒を含む研磨液を使用した1次研磨のみの従来法に比べて、シリコンウェーハの鏡面研磨面およびこの鏡面研磨面に成膜されたエピタキシャル膜の表面の面粗さが改善(低減)されることが判明した。

[0063] また、本発明法の2段研磨が施されたシリコンウェーハの表面において、 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.223nm(図12のPW)であった。また、エピタキシャルシリコンウェーハの表面の $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域の面粗さはRMS表示で、0.097nmであった(図12のEW)。

一方、従来法の砥粒を含む研磨液を使用して1次鏡面研磨されたシリコンウェーハの表面において、 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.311nm(図13のPW)であった。また、エピタキシャルシリコンウェーハの表面の同一測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.10

3 nmであった（図 13 のEW）。

図 12 および図 13 から明らかなように、本発明法の方が従来法に比べて、シリコンウェーハの鏡面研磨面およびエピタキシャル膜の表面の面粗さを低減することができた。

産業上の利用可能性

[0064] この発明は、バイポーラIC、MOS、ディスクリートなどのデバイスを作製する基板となるエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法として有用である。

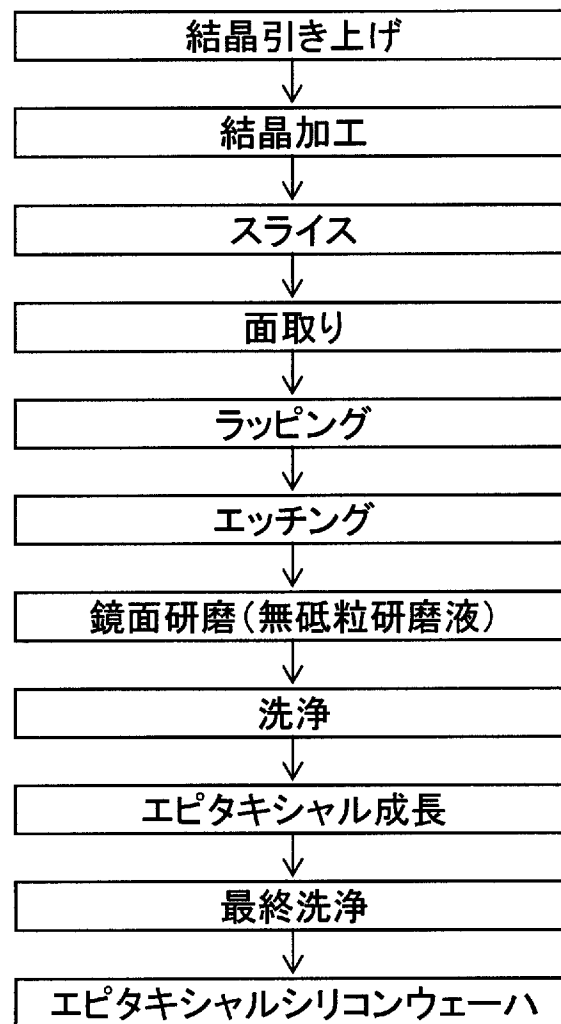
請求の範囲

- [請求項1] 砥粒を含まないアルカリ性水溶液に水溶性高分子が添加された研磨液を用いて、シリコンウェーハの表面を鏡面研磨し、
- 該鏡面研磨後、前記シリコンウェーハの鏡面化された表面にエピタキシャル膜を気相成長させるエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。
- [請求項2] 前記鏡面研磨の前に、前記アルカリ性水溶液を主剤とする1次研磨液を用い、砥粒を介在させて、前記シリコンウェーハの表面に形成された酸化膜を除去する1次研磨を施し、
- 前記鏡面研磨は、前記研磨液を2次研磨液とした2次研磨とする請求項1に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。
- [請求項3] 前記アルカリ性水溶液に添加される前記水溶性高分子は、ヒドロキシエチルセルロースまたはポリエチレングリコールである請求項1または請求項2に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。
- [請求項4] 前記水溶性高分子の濃度は、0.01ppm～1000ppmである請求項3に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。
- [請求項5] 前記アルカリ性水溶液はpH8～pH14に調整され、
- 該アルカリ性水溶液は、アルカリ剤として塩基性アンモニア塩、塩基性カリウム塩、塩基性ナトリウム塩のうち、何れかが添加されたアルカリ性水溶液、または炭酸アルカリ性水溶液、またはヒドラジンが添加されたアルカリ性水溶液、またはアミンが添加されたアルカリ性水溶液である請求項1または請求項2に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。
- [請求項6] 前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの表面の面粗さが、原子間力顕微鏡により $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS表示で0.3nm未満で、かつ原子間力顕微鏡により $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、RMS表示で0.3nm以下となる請求項1または請求項2に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方

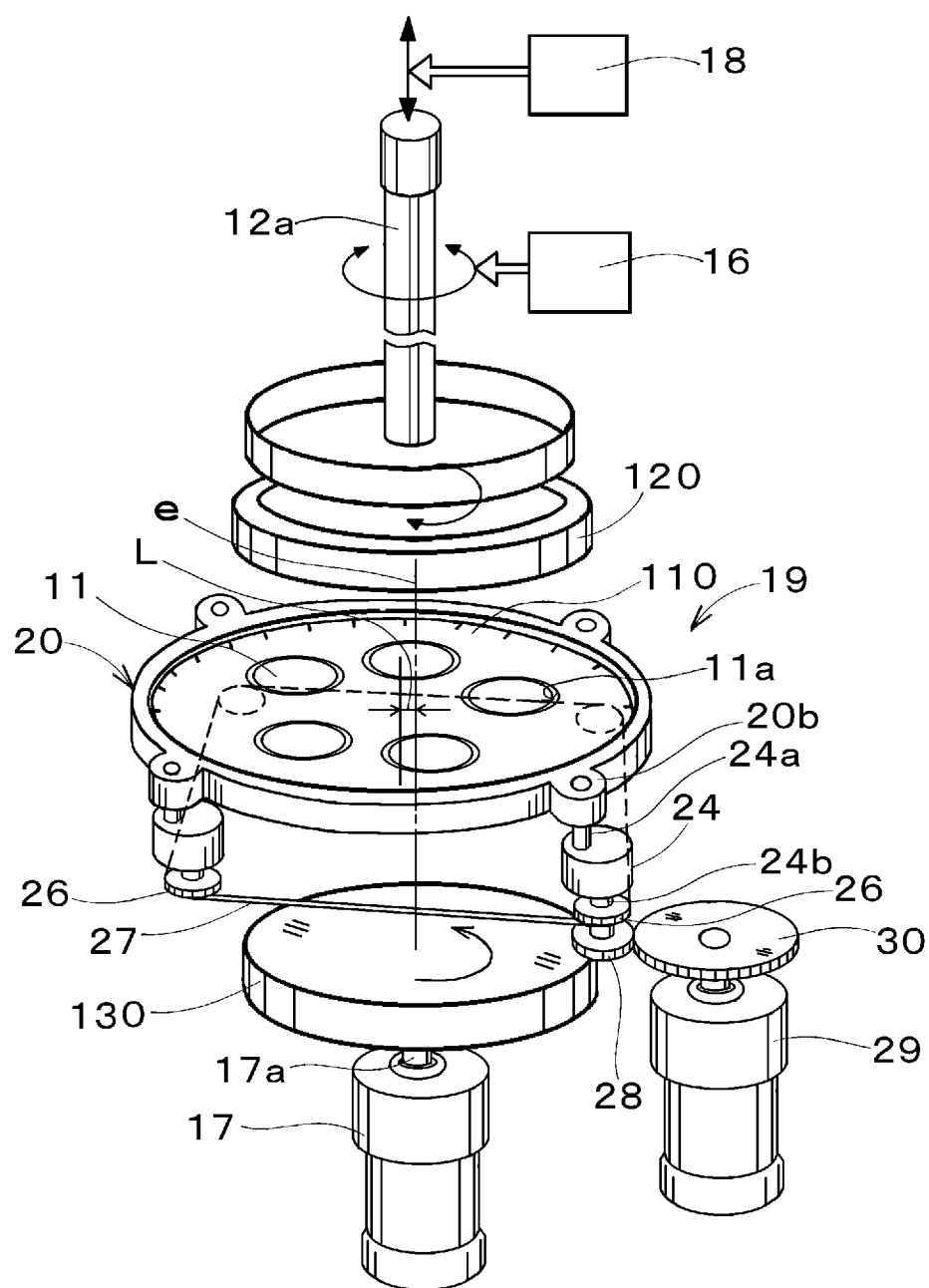
法。

[請求項7] 前記鏡面研磨後のシリコンウェーハの酸化膜耐圧特性評価が、T Z DB測定によるC+mode占有率で99%以上となる請求項1または請求項2に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

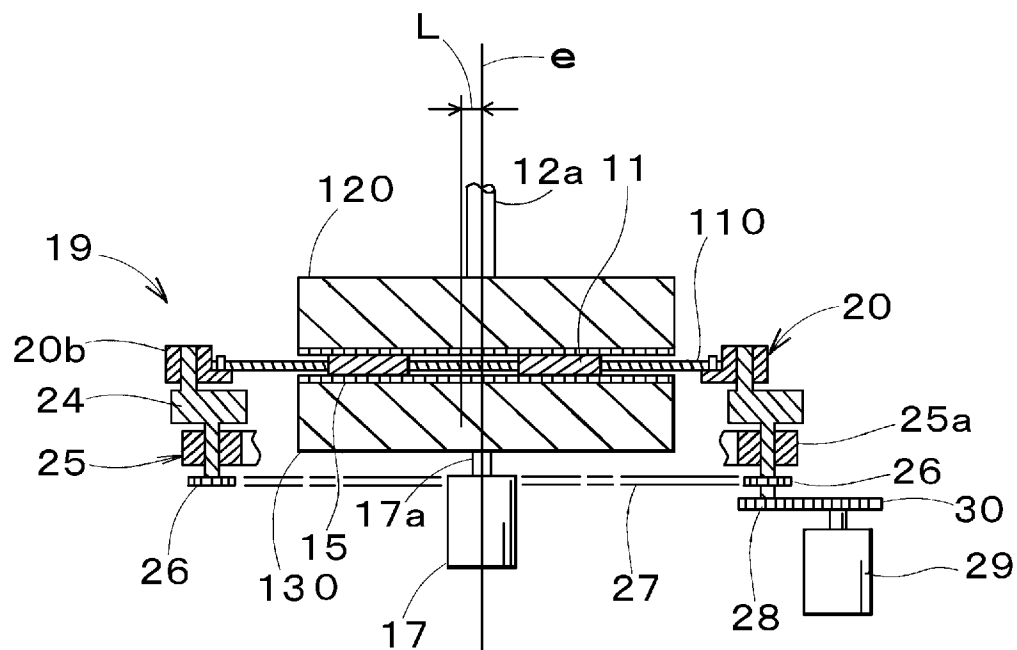
[図1]



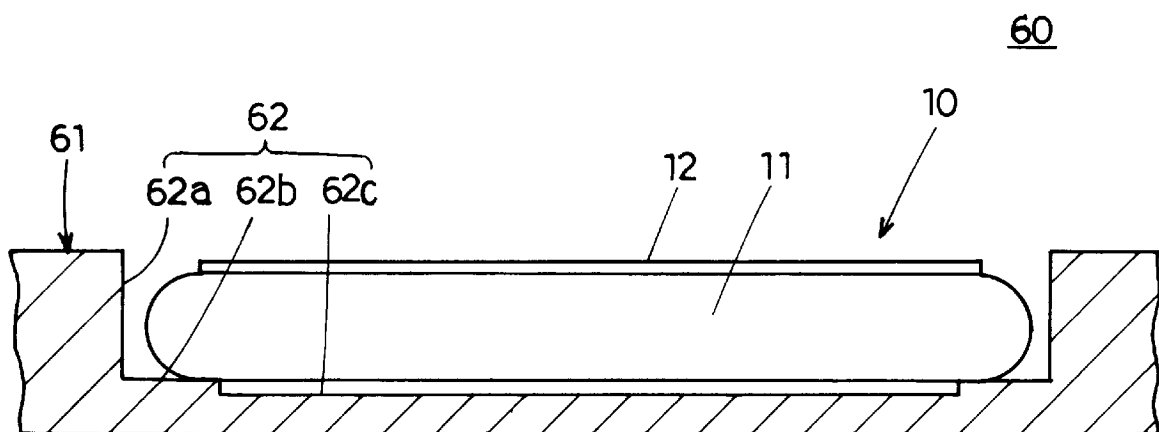
[図2]



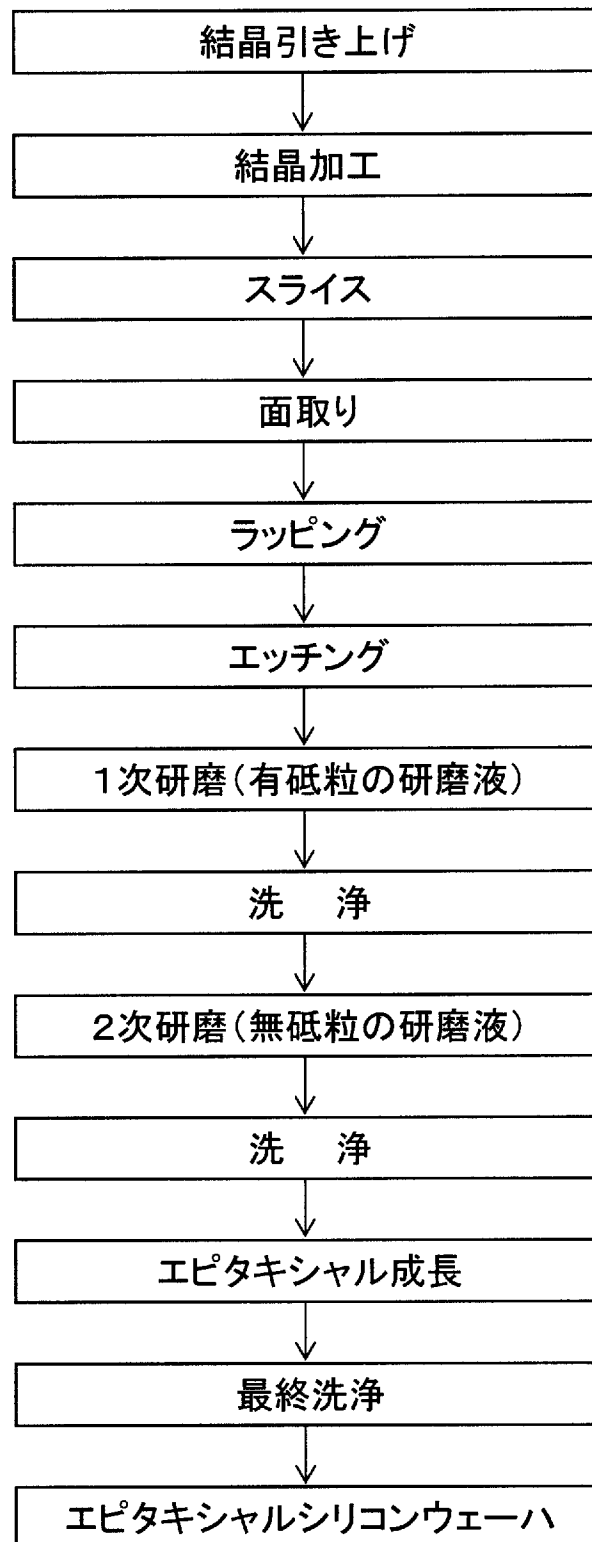
[図3]



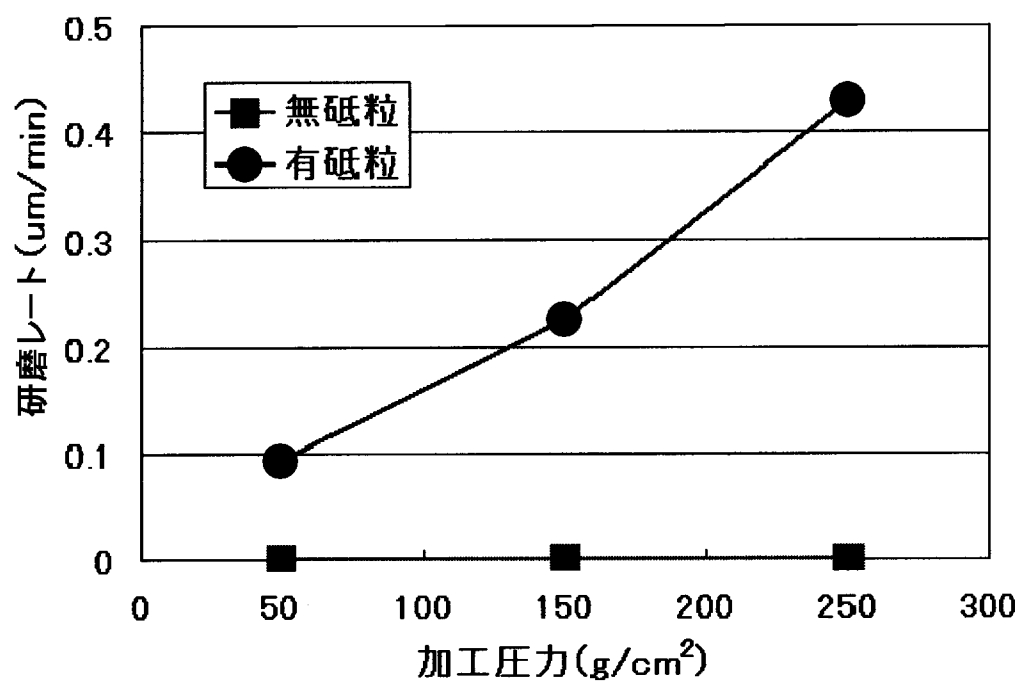
[図4]



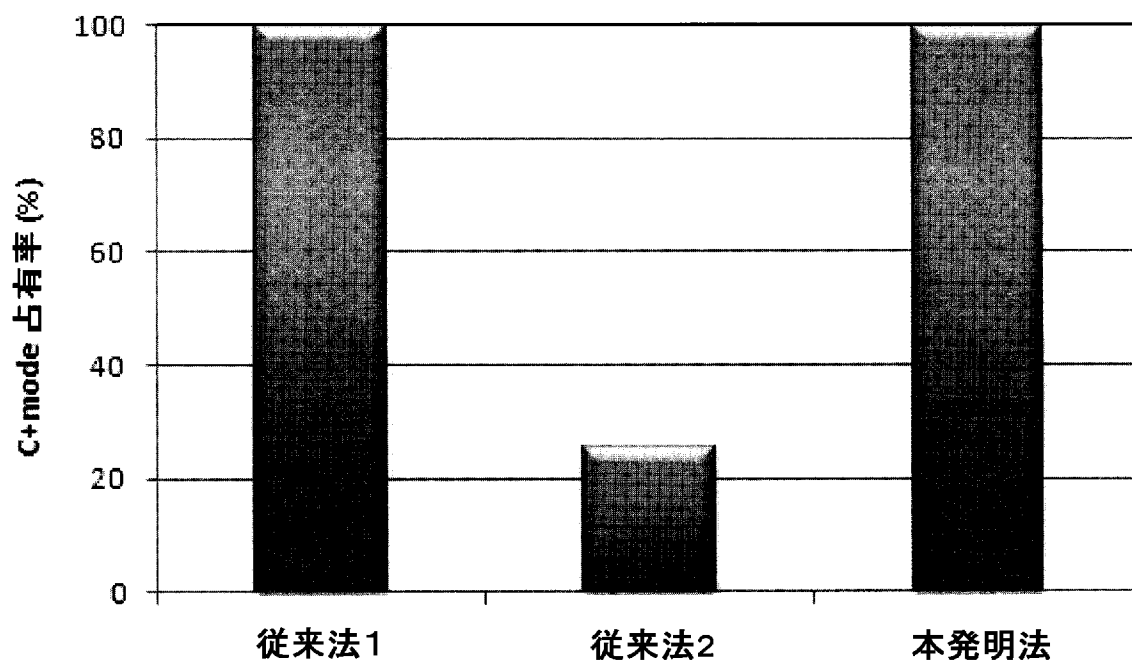
[図5]



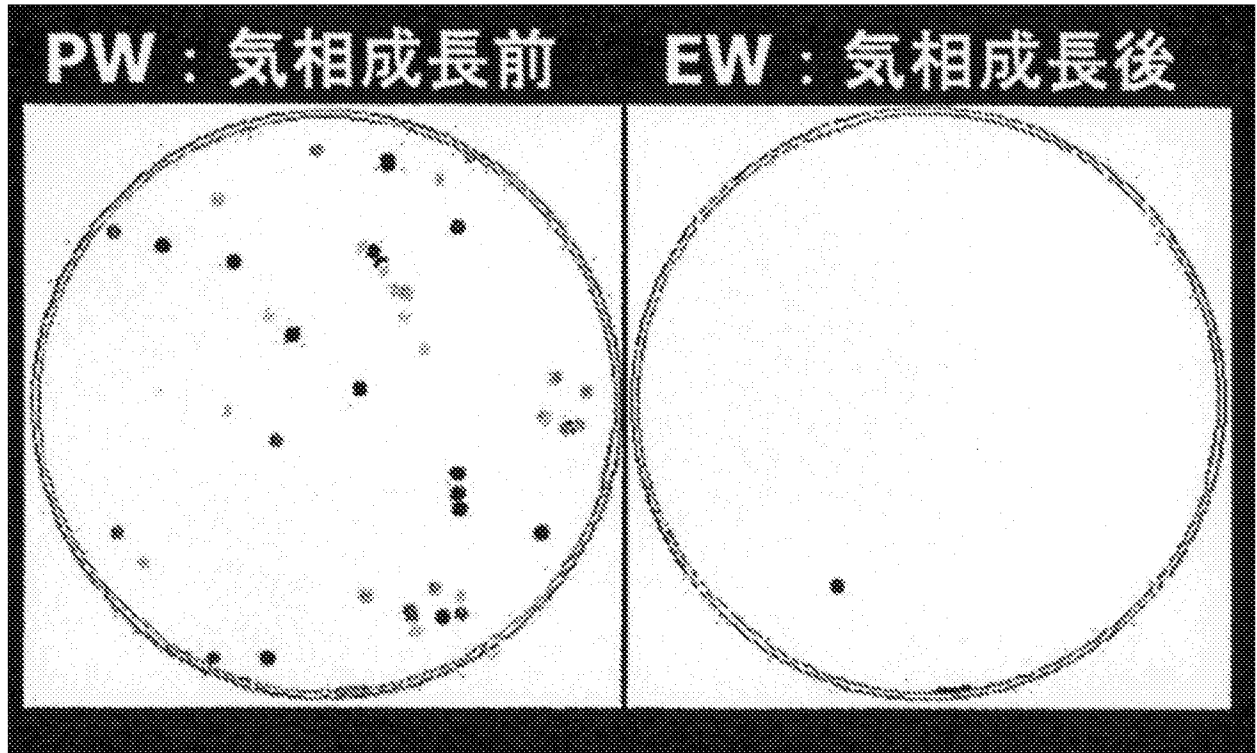
[図6]



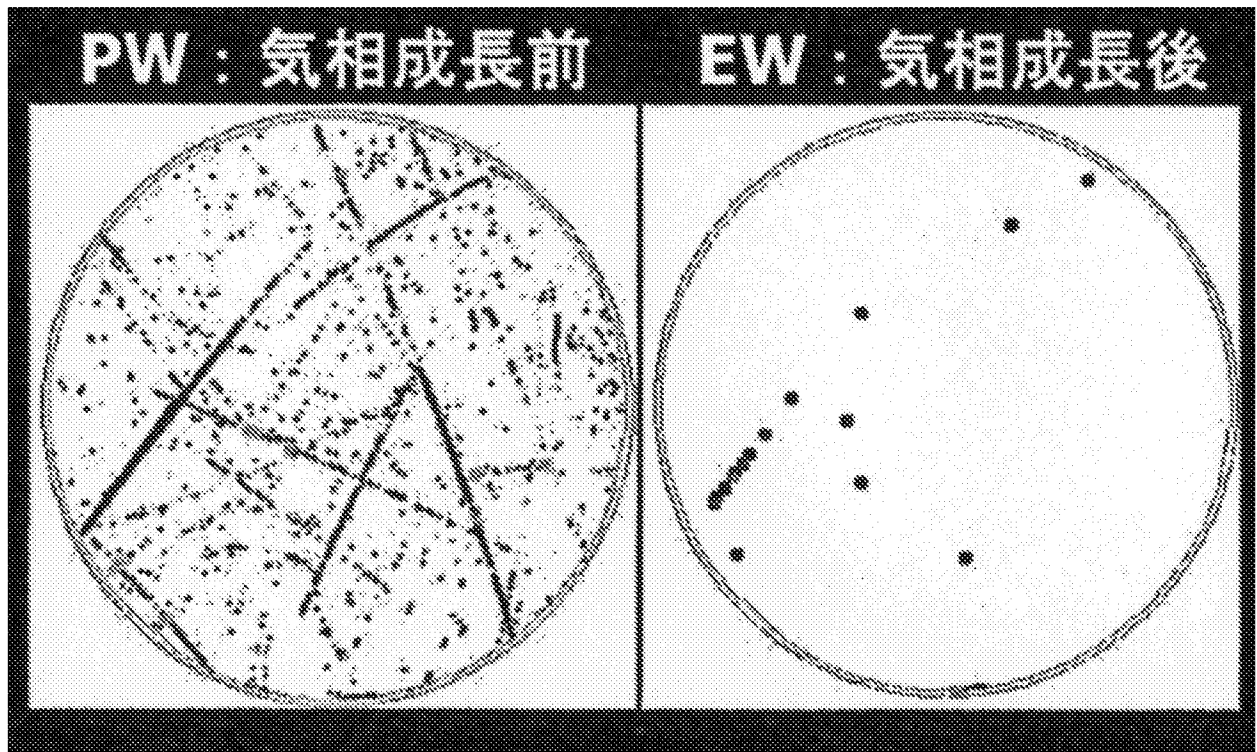
[図7]



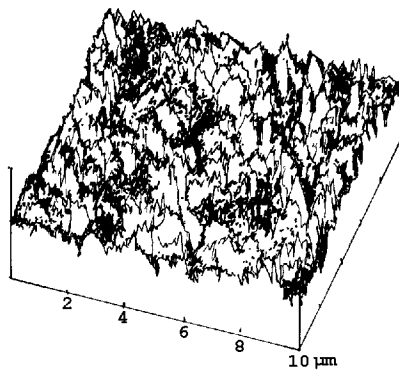
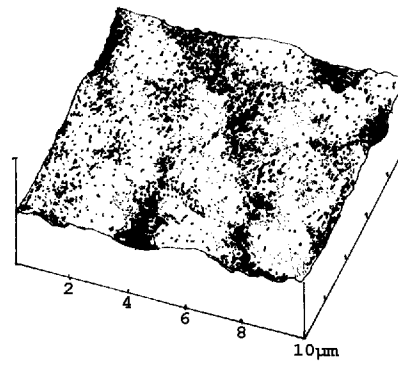
[図8]



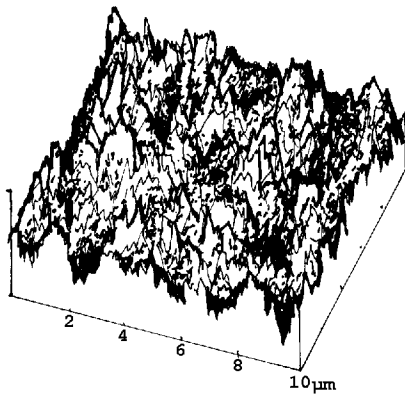
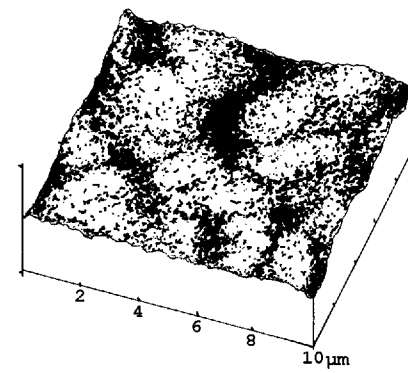
[図9]



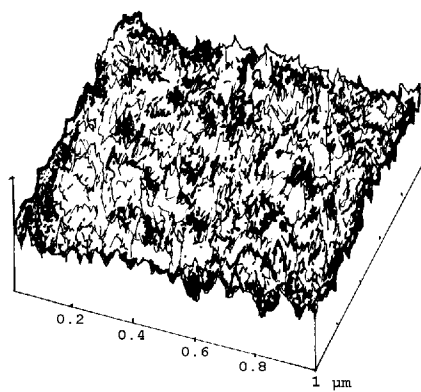
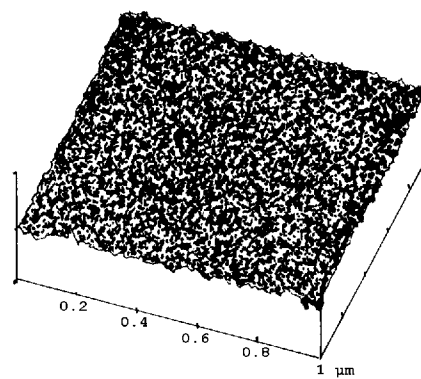
[図10]

PW**EW**

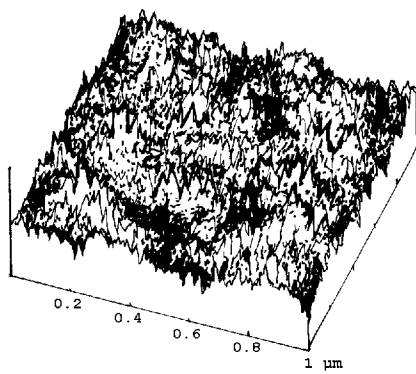
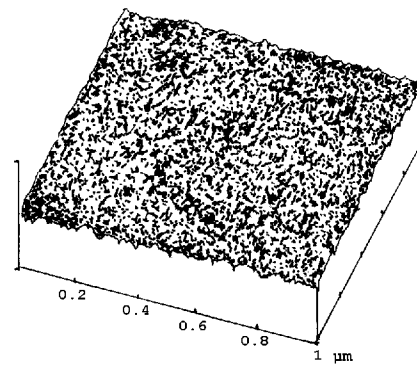
[図11]

PW**EW**

[図12]

PW**EW**

[図13]

PW**EW**

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/064076

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/205(2006.01)i, H01L21/20(2006.01)i, H01L21/304(2006.01)i,
H01L21/306(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L21/205, H01L21/20, H01L21/304, H01L21/306

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2010
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2010	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2001-007063 A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 12 January 2001 (12.01.2001), paragraphs [0017] to [0028] (Family: none)	1-7
Y	JP 2001-127016 A (Wacker Siltronic Gesellschaft fur Halbleitermaterialien AG.), 11 May 2001 (11.05.2001), paragraphs [0008] to [0037] & DE 19938340 C & DE 19938340 C1 & TW 529084 B & KR 10-2001-0021223 A	1-7
Y	JP 09-306881 A (Kobe Steel, Ltd.), 28 November 1997 (28.11.1997), paragraphs [0012] to [0035] & US 5885334 A	2-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
21 October, 2010 (21.10.10)

Date of mailing of the international search report
02 November, 2010 (02.11.10)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01L21/205 (2006.01)i, H01L21/20 (2006.01)i, H01L21/304 (2006.01)i, H01L21/306 (2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01L21/205, H01L21/20, H01L21/304, H01L21/306

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 0 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 0 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 0 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2001-007063 A（三菱マテリアルシリコン株式会社）2001.01.12, 段落【0017】-【0028】（ファミリーなし）	1-7
Y	JP 2001-127016 A（ワッカー ジルトロニック ゲゼルシャフト フ ュア ハルプライターマテリアーリエン アクチエンゲゼルシャフ ト）2001.05.11, 段落【0008】-【0037】 & DE 19938340 C & DE 19938340 C1 & TW 529084 B & KR 10-2001-0021223 A	1-7

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

2 1 . 1 0 . 2 0 1 0

国際調査報告の発送日

0 2 . 1 1 . 2 0 1 0

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

山本 雄一

4 R

3 1 2 3

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 7 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 09-306881 A (株式会社神戸製鋼所) 1997. 11. 28, 段落【0012】 - 【0035】 & US 5885334 A	2-7