

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2011-44606

(P2011-44606A)

(43) 公開日 平成23年3月3日(2011.3.3)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H O 1 L 21/20 (2006.01)	H O 1 L 21/20	4 G O 7 7
H O 1 L 21/205 (2006.01)	H O 1 L 21/205	5 F O 4 3
H O 1 L 21/306 (2006.01)	H O 1 L 21/306 M	5 F O 4 5
H O 1 L 21/304 (2006.01)	H O 1 L 21/304 6 2 2 C	5 F 1 5 2
C 3 O B 29/06 (2006.01)	C 3 O B 29/06 5 O 4 F	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 17 頁)		

(21) 出願番号 特願2009-192451 (P2009-192451)
 (22) 出願日 平成21年8月21日 (2009. 8. 21)

(71) 出願人 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 100094215
 弁理士 安倍 逸郎
 (72) 発明者 緒方 晋一
 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 高石 和成
 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 西村 弘徳
 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社
 S U M C O 内

最終頁に続く

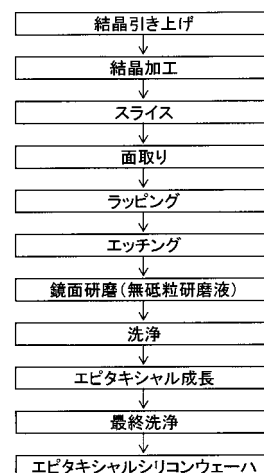
(54) 【発明の名称】 エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法

(57) 【要約】

【課題】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で、LPD密度が低く、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の製造方法を提供する。

【解決手段】砥粒を含まず水溶性高分子を含むアルカリ性水溶液の研磨液を用いて、シリコンウェーハの表面を鏡面研磨する。水溶性高分子をアルカリ性水溶液に添加したので、摩擦係数を低下させ、鏡面研磨されたウェーハ表層部に発生する加工起因のLPDの密度を低減でき、LPD密度が低いエピタキシャルシリコンウェーハを製造できる。しかも、鏡面研磨されたウェーハ表面に発生する表面粗さを小さくでき、表面粗さ品質に優れたエピタキシャルシリコンウェーハを提供できる。

【選択図】図1



【特許請求の範囲】**【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】

前記鏡面研磨後、前記シリコンウェーハの酸化膜耐圧特性評価において T Z D B 測定による C + m o d e 占有率が 99% 以上である請求項 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。

10

【請求項 3】

前記鏡面研磨後、前記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 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の測定面積域を測定した際、R M S 表示で 0.3nm 以下である請求項 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】

前記アルカリ性水溶液は、p H 8 ~ p H 14 の範囲内に調整されたアルカリ性水溶液であって、p H 調整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何れかが添加されたアルカリ性水溶液もしくは炭酸アルカリ性水溶液、あるいはヒドラジンもしく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 ~ 請求項 3 のうち、何れか 1 項に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

20

【請求項 5】

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 ~ 請求項 4 のうち、何れか 1 項に記載のエピタキシャル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】**

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。

30

【背景技術】**【0002】**

例えば、パイポーラ I C 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 ($0.01\sim 1\text{cm}$ 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、チョクラルスキー (C Z) 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。

40

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

50

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。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0005】

【特許文献1】特許第3120825号公報

【発明の概要】

【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で示されるような、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。このような酸化膜耐圧特性が低いウェーハ表面にエピタキシャル膜を形成すれば、エピタキシャル膜の表面で観察されるLPD (Light Point Defects) 密度が高まるという問題が生じる。また、研磨液中の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、マイクロクラッチなどの加工起因の欠陥なども発生するため、多数のLPDが発生していた。具体的には、直径300nm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。

20

また、砥粒を含む研磨液を供給しながらウェーハ表面を1次鏡面研磨した場合、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値はある程度低くできるものの、 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ 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】

30

そこで、発明者は鋭意研究の結果、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。

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】

【0008】

40

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。

【0009】

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

50

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、その後形成されるエピタキシャル膜表面に発生するLPDの密度も低減することができる。

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。

10

【0010】

また、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、シリコン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。

【0011】

本発明において、前記鏡面研磨後、前記シリコンウェーハの酸化膜耐圧特性評価において、TZDB測定によるC+mode占有率を99%以上とすることが望ましい。

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。

20

【0012】

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。

30

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。

【0013】

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。

40

<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、この酸化膜表面にゲート電極面積 10mm^2 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:200ms)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 $10\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 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 $1\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 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。

【0014】

50

また、本発明において、前記鏡面研磨後、前記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表面粗さ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。

【0015】

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。 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。

【0016】

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、 $0.01\text{ppm} \sim 1000\text{ppm}$ 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 0.01ppm 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、 1000ppm 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。

【0017】

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(chelate)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。

【0018】

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(Ethylenediaminetetraacetic Acid)またはジエチレントリアミン五酢酸DTPA(Diethylenetriaminepentaacetic Acid)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(NTA)でもよい。キレート剤は $0.1\text{ppm} \sim 1000\text{ppm}$ 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。

10

20

30

40

50

。

【0019】

研磨に使用される研磨布としては、例えば硬度が75～85、圧縮率が2～3%、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0.2～0.6 $\mu\text{m}/\text{分}$ 、研磨量が5～20 μm 、研磨荷重が200～300 g/cm^2 、研磨時間が10～90分、研磨中の研磨液の温度が20～30を例示することができる。

10

【0020】

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。

【0021】

20

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。

【0022】

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を生じず、パーティクルの除去ができるように、シリコンウェーハ表面を0.2～10 nm程度除去できる洗浄条件であればよい。

30

【0023】

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、1～10 μm 厚みのエピタキシャル膜を形成することが望ましい。

40

【発明の効果】

【0024】

50

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密度を低減させることができる。また、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。

【図面の簡単な説明】

【0025】

【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】本発明法の実施例1の条件で砥粒を含まない研磨液を使用した場合と、従来法の砥粒を含む研磨液を使用した場合について、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6】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7】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8】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 $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ 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。

【発明を実施するための形態】

【0026】

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。

【実施例】

【0027】

図1のフローシートを参照して、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。

すなわち、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。

【0028】

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ブされたシリコンの熔融液から、
10
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・cm、初期酸素濃度 1.0×10^{18} atoms/cm³の単結晶シリコンインゴットが引き上げられる。

【0029】

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77
20
5μmの多数枚のシリコンウェーハがスライスされる。

【0030】

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いうため、予めシリコンウェーハ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。

【0031】

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。

【0032】

10

20

30

40

50

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 20b が配設されている。各軸受部 20b 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 24a 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 24b が垂設されている。各回転軸 24b 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 25a 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 24b 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 24b を同時に回転させる。

【0033】

4本の回転軸 24b のうち、1本の回転軸 24b 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 24b 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 24b を中心に水平面内で回転する。これにより、各偏心軸 24a 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、自転をともしない円運動を行う。

【0034】

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 24a と回転軸 24b 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 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 6 μm (両面 12 μm) 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。

【0035】

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表面粗さ品質を高めることができる。

【0036】

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

10

20

30

40

50

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。

【0037】

さらに、この研磨液に、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。

【0038】

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パの中央部に、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。

チャンパの一側部には、チャンパの上部空間に、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、チャンパの他側部には、ガスの排気口が形成されている。

【0039】

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、チャンパ内に水素ガスを供給し、1150 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）とをチャンパ内に供給し、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 ± 20 KPa とし、1000 ~ 1150 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 $3.5 \sim 4.5 \mu m / 分$ 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 $10 \mu m$ 程度のエピタキシャル膜 12 が成長される。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。

【0040】

次に、図 5 を参照して、本発明法の実施例 1 の条件で砥粒を含まない研磨液を使用した場合と、従来法の砥粒（コロイダルシリカ）を含む研磨液を使用した場合について、鏡面研磨後のシリコンウェーハ（PW）の酸化膜耐圧特性（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、 $NH_4OH : H_2O_2 : H_2O = 1 : 2 : 7$ の容量比で混合して調製した SC1（Standard Cleaning 1）洗浄液を用い、各ウェーハ表面を 4nm 除去する洗浄である。

図 5 から明らかなように、砥粒を含む研磨液を使用した従来例では、C + mode 占有率は 30% 未満であるのに対して、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た本発明例では、C + mode 占有率は 99.7% であった。

【0041】

10

20

30

40

50

次に、図 6 および図 7 を参照して、本発明法の実施例 1 の条件で砥粒を含まない研磨液を使用するか（図 6）、従来法の砥粒を含む研磨液を使用し（図 7）、シリコンウェーハ（PW）の表面に鏡面研磨を施した際のウェーハ 1 枚当たりの LPD の個数、または、この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。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（Standard Cleaning 1）洗浄液を用い、各表面を 4 nm 除去する洗浄である。

10

【0042】

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を集光により集光し、得られたフォトンに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したが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。

【0043】

測定の結果、本発明法の砥粒を含まない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において、LPD の検出数は 142.60 個/wf（図 6 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 2.75 個/wf であった（図 6 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 7 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 10.50 個/wf であった（図 7 の EW）。

20

図 6 および図 7 から明らかなように、砥粒を含まない研磨液を使用した本発明法の方が、砥粒を含む研磨液を使用した従来法に比べて、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 6 の本発明例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 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 5）であることから、図 6 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。

30

【0044】

次に、図 8 ~ 図 11 を参照して、本発明法の実施例 1 の条件で砥粒を含まない研磨液を使用するか（図 8 および図 10）、従来法の砥粒を含む研磨液を使用し（図 9 および図 11）、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 $10\text{ }\mu\text{m} \times 10\text{ }\mu\text{m}$ の測定面積域（図 8 および図 9）、または、 $1\text{ }\mu\text{m} \times 1\text{ }\mu\text{m}$ の測定面積域（図 10 および図 11）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 4 nm 除去する洗浄である。

40

【0045】

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 ~ 100 nm）で加振させ、試料ウェーハの表面にカチレバー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

50

は1 nm、試料ウェーハに作用する力は大気中で0.1～1 nN、測定ポイントは1 point/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。

【0046】

観察の結果、本発明法の砥粒を含まない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において、10 μm×10 μmの測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.277 nm(図8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0.100 nm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 μm×10 μmの測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.458 nm(図9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0.132 nmであった(図9のEW)。

図8および図9から明らかなように、砥粒を含まない研磨液を使用した本発明法の方が、砥粒を含む研磨液を使用した従来法に比べて、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)されたことが判明した。

【0047】

また、本発明法の砥粒を含まない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において、1 μm×1 μmの測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.223 nm(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1 μm×1 μmの測定面積域の面粗さはRMS表示で、0.097 nm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、1 μm×1 μmの測定面積域の面粗さは、RMS表示で0.311 nm(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0.103 nmであった(図11のEW)。

図10および図11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】

【0048】

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として有用である。

【符号の説明】

【0049】

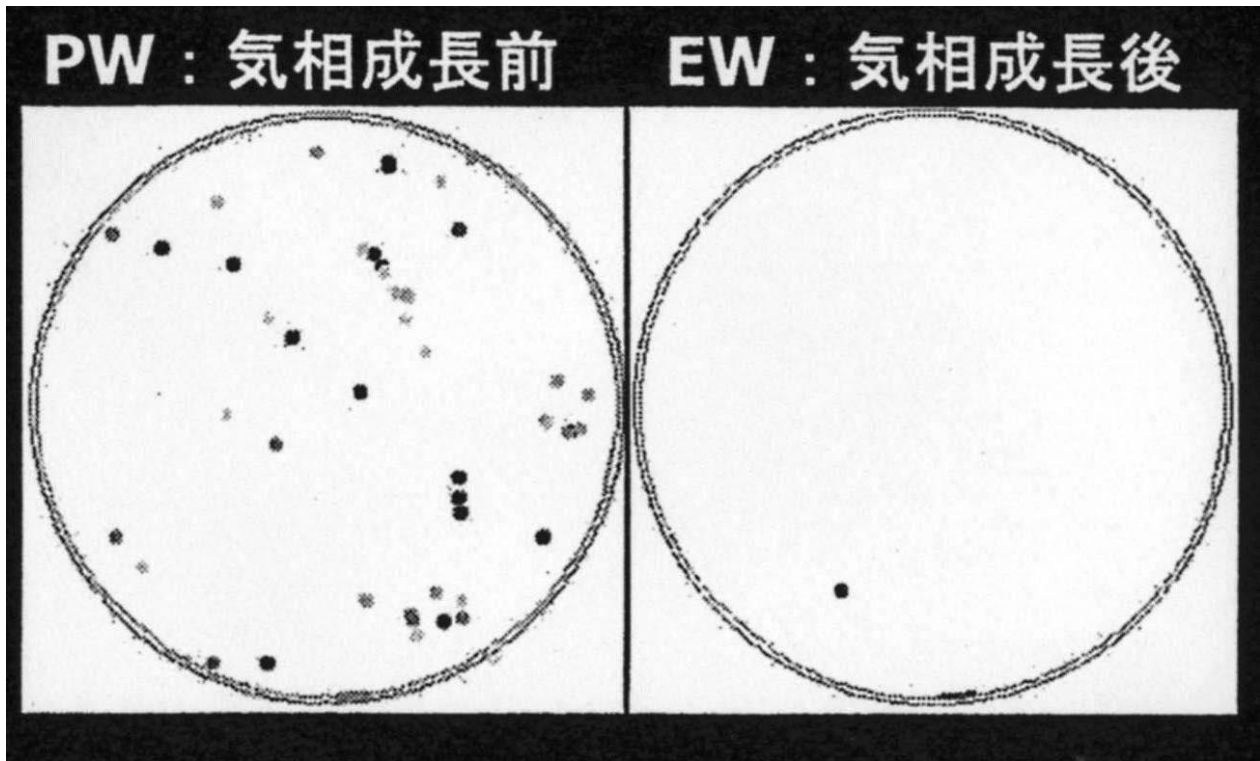
- 10 エピタキシャルシリコンウェーハ、
- 11 シリコンウェーハ。

10

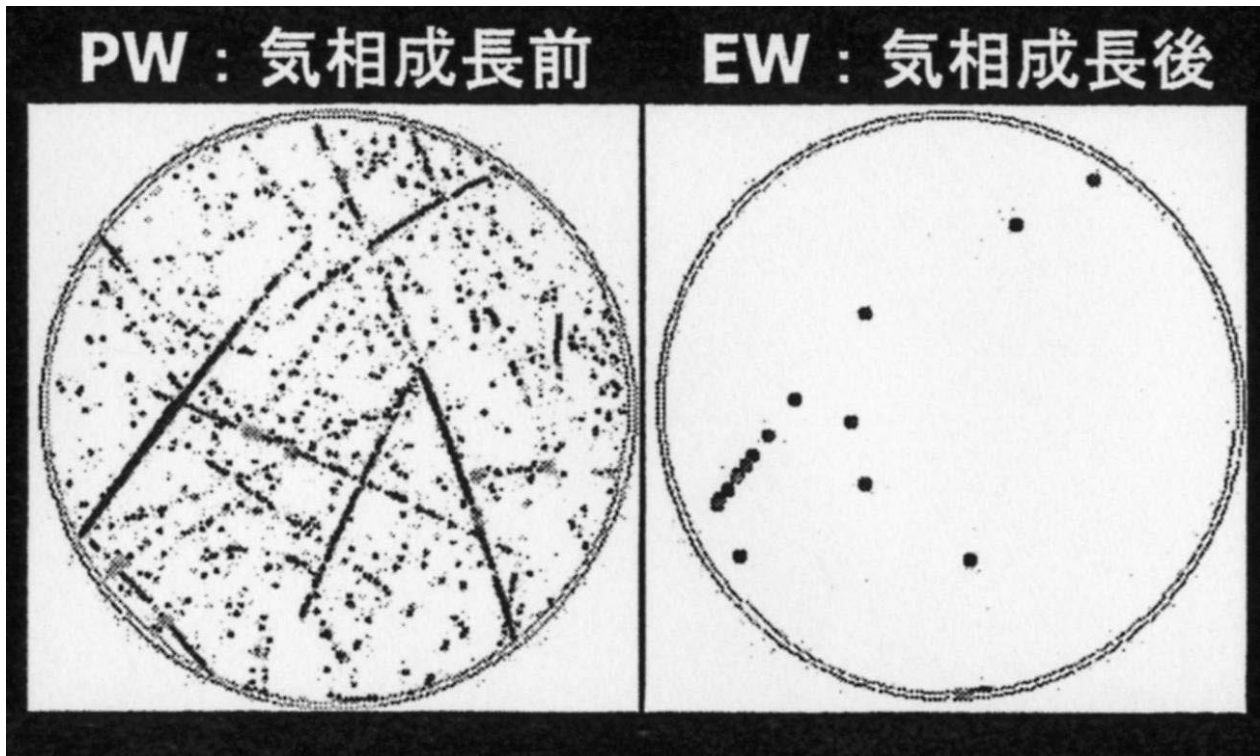
20

30

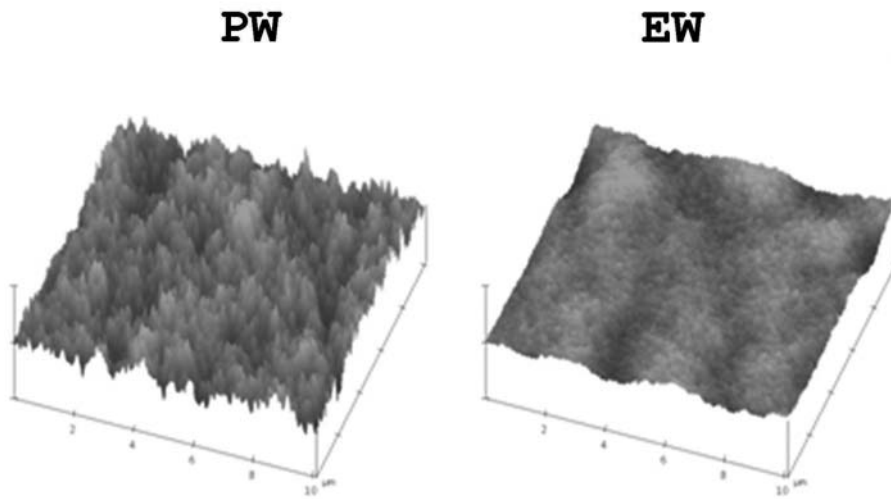
【図 6】



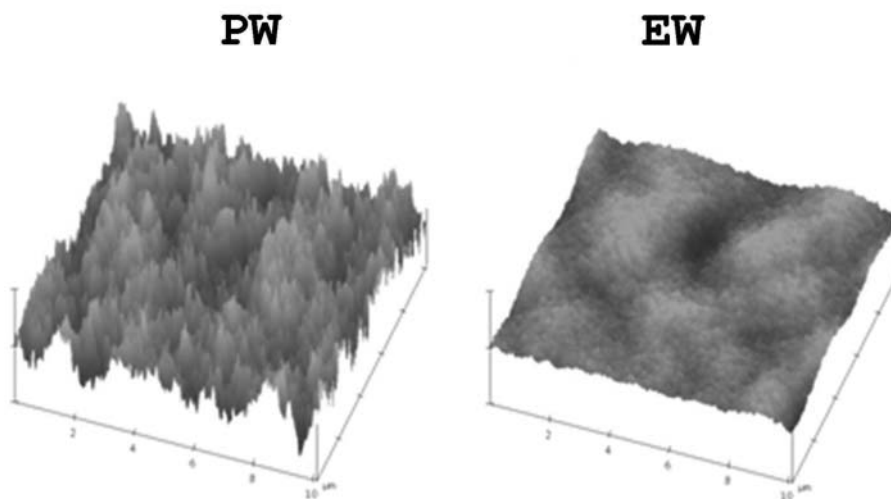
【図 7】



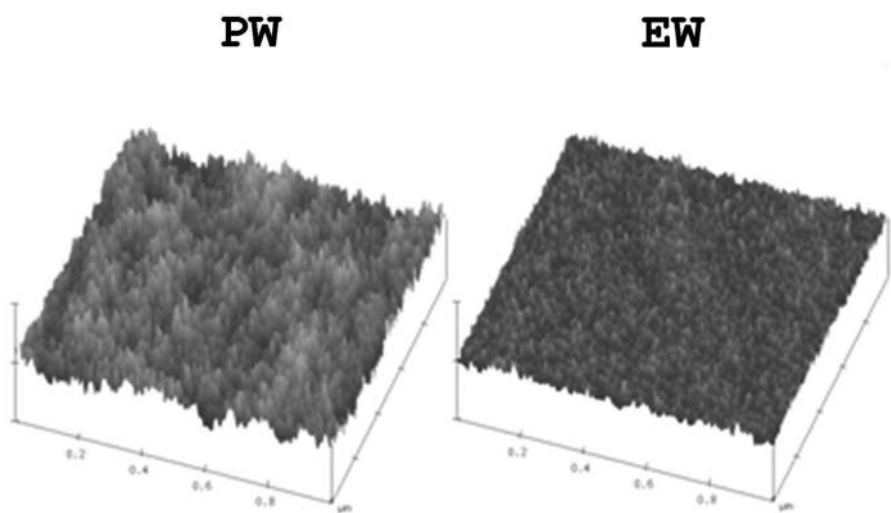
【 図 8 】



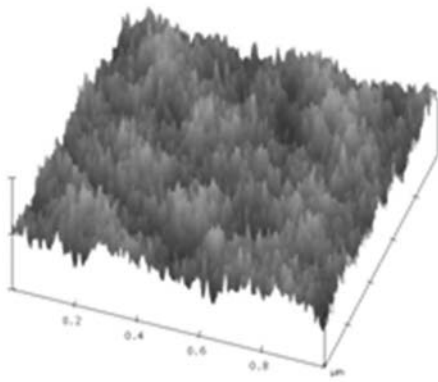
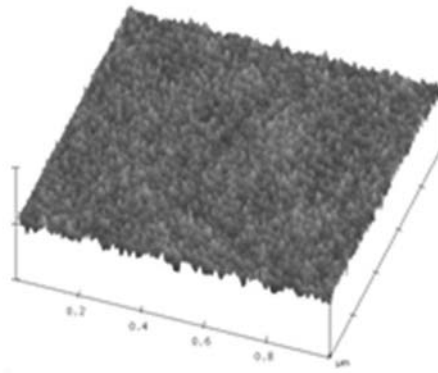
【 図 9 】



【 図 1 0 】



【図 11】

PW**EW**

フロントページの続き

(72)発明者 奥内 茂

東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内

(72)発明者 御厨 俊介

東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BA04 DB01 ED04 ED06 EE04 EE10 HA12

5F043 AA02 BB02 DD16 FF07

5F045 AA03 AB02 AC05 BB08 BB12 CA01 GH03 HA04

5F152 LL03 LL05 MM03 MM04 MM07 MM18 NN03 NN22 NQ03