

(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2006-196614

(P2006-196614A)

(43) 公開日 平成18年7月27日(2006.7.27)

(51) Int. Cl. F I テーマコード (参考)  
 HO 1 L 27/12 (2006.01) HO 1 L 27/12 B  
 HO 1 L 21/02 (2006.01)

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2005-5538 (P2005-5538)	(71) 出願人	000001007 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(22) 出願日	平成17年1月12日 (2005.1.12)	(74) 代理人	100076428 弁理士 大塚 康德
		(74) 代理人	100112508 弁理士 高柳 司郎
		(74) 代理人	100115071 弁理士 大塚 康弘
		(74) 代理人	100116894 弁理士 木村 秀二
		(72) 発明者	柿崎 恵男 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

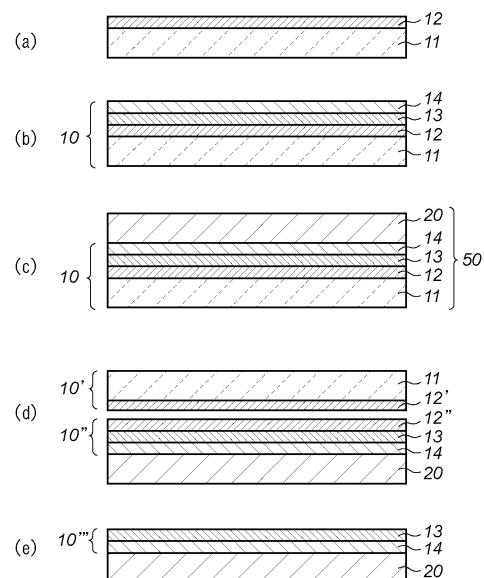
(54) 【発明の名称】 半導体基板の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 結合基板の結合界面に存在する余剰水分をより多く吸収すること。

【解決手段】 半導体基板の製造方法において、第1の基板11に多孔質半導体層12を形し(図2(a))、多孔質半導体層12上に非多孔質半導体層13を形成した後に、非多孔質半導体層13表面及び第2の基板20表面の少なくとも一方にOH基密度が $1.0 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup>未満である絶縁層を形成し(図2(b))、第1の基板11と第2の基板20とを結合して結合基板50を作製し(図2(c))、結合基板50を多孔質半導体層12の部分で分離して(図2(d))、SOI基板を作製する(図2(e))。

【選択図】 図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

第 1 の基板に多孔質半導体層を形成する工程と、  
前記多孔質半導体層上に非多孔質半導体層を形成する工程と、  
前記非多孔質半導体層表面及び第 2 の基板表面の少なくとも一方に OH 基密度が  $1.0 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup> 未満である絶縁層を形成する工程と、  
前記第 1 の基板と前記第 2 の基板とを結合して結合基板を作製する工程と、  
前記結合基板を前記多孔質半導体層の部分で分離する工程と、  
を含むことを特徴とする半導体基板の製造方法。

## 【請求項 2】

第 1 の基板表面及び第 2 の基板表面の少なくとも一方に OH 基密度が  $1.0 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup> 未満である絶縁層を形成する工程と、  
前記第 1 の基板中にイオンを注入してイオン注入層を形成する工程と、  
前記第 1 の基板と前記第 2 の基板とを結合して結合基板を作製する工程と、  
前記結合基板を前記イオン注入層の部分で分離する工程と、  
を含むことを特徴とする半導体基板の製造方法。

## 【請求項 3】

前記絶縁層の OH 基密度は、 $9.0 \times 10^{13}$  atom/cm<sup>2</sup> 未満であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の半導体基板の製造方法。

## 【請求項 4】

前記絶縁層は、ドライ酸化によって形成されることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 3 のいずれか 1 項に記載の半導体基板の製造方法。

## 【請求項 5】

前記第 1 の基板に形成される絶縁層の膜厚、前記第 2 の基板に形成される絶縁層の膜厚、又は前記第 1 の基板及び前記第 2 の基板の両方に形成される絶縁層の膜厚の合計は、50 nm 未満であることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項に記載の半導体基板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、半導体基板の作製方法に関し、更に詳しくは、誘電体分離あるいは、絶縁物上の単結晶半導体、シリコン基板上の単結晶化合物半導体の作製方法、さらに、単結晶半導体層に作成される電子デバイス、集積回路に適する半導体基板の作製方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来、SOI (Silicon On Insulator) 基板等の基板の製造工程等では、結合 (貼り合わせ) 法により SOI 基板を製造する方法が知られている。

## 【0003】

例えば、多孔質単結晶半導体領域上に非多孔質単結晶半導体領域を配した部材を形成し、非多孔質単結晶半導体領域の表面又は他の部材の表面に絶縁膜を形成し両部材を結合した後、多孔質単結晶半導体領域をエッチングにより除去する半導体部材の製造方法を含む ELTRAN (登録商標) と呼ばれる技術がある (特許文献 1 を参照)。

## 【0004】

また、シリコン基板表面に熱酸化膜 (300 nm、400 nm 及び 1000 nm) を形成し、他の基板と貼り合わせた後に、貼り合わせ基板にアニール処理を施す SOI 基板の製造方法がある (特許文献 2 を参照)。貼り合わせ基板の貼り合わせ界面に存在するマイクロポイドを低減する為に、アニール処理時の熱酸化膜の粘度が  $2.0 \times 10^{14}$  Poises 以下に制御されている。これは、熱酸化膜の粘度を下げることににより、貼り合わせ界面の接合面の追従性を改善し、貼り合わせ基板の接合強度を強めるためである。

## 【0005】

10

20

30

40

50

また、シリコン基板表面に酸化膜（150 nm）を形成し、この基板及び他の基板をSC-1洗浄し（ $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ の混合溶液による洗浄）、洗浄後の2枚の基板を乾燥させた後に、両者を貼り合わせ、貼り合わせた基板の一方を薄膜化してSOI基板を作製する方法がある（特許文献3を参照）。貼り合わせ基板の貼り合わせ界面でのブリスターの発生を抑える為に、SC-1洗浄時の洗浄液の温度が25以上60以下に制御されている。これは、貼り合せ面を必要以上に荒らすことなく、パーティクルや有機物を除去可能な温度に設定するためである。

【0006】

また、結合（貼り合わせ）法の他に、イオン注入法を利用してSOI基板を製造する方法が知られている。

10

【0007】

例えば、SOI基板の製造方法において、 $\text{H}^+$ イオン注入により微小気泡層を形成し、熱処理によって結晶再配列と気泡の凝集とを生じさせた後に、酸化膜が形成された材料と貼り合せ、微小気泡層で分離する方法がある（特許文献4を参照）。

【特許文献1】特開平5-21338号公報

【特許文献2】特開2003-37253号公報

【特許文献3】特開2003-309101号公報

【特許文献4】特開平5-211128号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0008】

しかしながら、特許文献1～4に記載された方法によって結合SOI基板を製造する方法では、50 nmよりも薄い埋め込み絶縁層（BOX層）の膜厚を含む結合（貼り合わせ）SOI基板を製造する場合には、結合（貼り合わせ）界面に存在する余剰水分が結合（貼り合わせ）領域の弱い箇所に集まり、ボイド不良が生じやすいという課題がある。

【0009】

本発明は、上記の課題に鑑みてなされたものであり、結合基板の結合界面に存在する余剰水分をより多く吸収することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

30

本発明の第1の側面は、半導体基板の製造方法に係り、第1の基板に多孔質半導体層を形成する工程と、前記多孔質半導体層上に非多孔質半導体層を形成する工程と、前記非多孔質半導体層表面及び第2の基板表面の少なくとも一方にOH基密度が $1.0 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup>未満である絶縁層を形成する工程と、前記第1の基板と前記第2の基板とを結合して結合基板を作製する工程と、前記結合基板を前記多孔質半導体層の部分で分離する工程と、を含むことを特徴とする。

【0011】

本発明の第2の側面は、半導体基板の製造方法に係り、第1の基板表面及び第2の基板表面の少なくとも一方にOH基密度が $1.0 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup>未満である絶縁層を形成する工程と、前記第1の基板中にイオンを注入してイオン注入層を形成する工程と、前記第1の基板と前記第2の基板とを結合して結合基板を作製する工程と、前記結合基板を前記イオン注入層の部分で分離する工程と、を含むことを特徴とする。

40

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、結合基板の結合界面に存在する余剰水分をより多く吸収することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

本発明は、特に、BOX層が50 nmよりも薄い膜厚の結合（貼り合わせ）SOIウェーハを製造しようとする際に課題となる結合（貼り合わせ）界面に存在する余剰水分を起

50

因とするボイド不良に対して、余剰水分をより吸収し易くするために、水分量の少ない絶縁層を用いることによって、BOX膜厚の薄い結合（貼り合わせ）SOIで生じるボイド不良発生を低減するものである。以下、本発明の原理について説明する。

【0014】

一般的な絶縁層の形成方法としては、ドライ酸化法とウェット酸化法が挙げられる。ドライ酸化法は、水分のない純粋な酸素を酸化種として用いる方法である。ウェット酸化法は、水分又は水分を含んだ酸素を酸化種として用いる方法である。

【0015】

図1は、シリコンの熱酸化におけるドライ酸化とウェット酸化における酸化膜厚の成長速度を示す図である（B.E.Deal and A.S.Grove, J.Appl.Phys,36,3770(1965)）。

10

【0016】

ドライ酸化よりもウェット酸化の方が酸化膜厚の成長速度が大きいことが分かる。ウェット酸化の方がドライ酸化よりも酸化膜厚の成長速度が大きいのは、酸素（ $O_2$ ）よりも水（ $H_2O$ ）の方が酸化膜中で固溶できる量が多いためである。そのため、生産性向上のために膜厚成長速度の高いウェット酸化が一般的に用いられている。

【0017】

しかしながら、ウェット酸化は、成長速度が早い反面、膜中の水分量が多く、薄い膜厚を制御するには不向きである。実際の酸化膜中の水分量を比較してみると、APIMSにより測定されるウェット酸化のOH基密度は、 $1.10 \times 10^{14} \text{ atom/cm}^2$  であるのに対し、ドライ酸化のOH基密度は、 $8.01 \times 10^{13} \text{ atom/cm}^2$  とウェット酸化のOH基密度よりも低い値を示している。

20

【0018】

そこで、本発明の好適な実施の形態では、絶縁層中の水分含有量を低減するために、水分量の少ない絶縁層を用いる。膜厚の制御性についても、薄い絶縁層を形成する場合には、成長速度の低い方が制御性が高いため、水分量の少ない絶縁層を用いる方が有利である。

【0019】

以下、添付図面を参照して本発明の好適な実施の形態を詳細に説明する。

【0020】

[第1の実施形態]

30

図2は、本発明の好適な第1の実施形態に係る基板の製造方法を説明する図である。

【0021】

まず、図2(a)に示す工程では、第1の基板（seed wafer）10を形成するための単結晶基板11を用意して、例えば、陽極化成装置を利用して、その主表面を多孔質化して分離層としての多孔質層12を形成する。多孔質層12は、例えば、電解液（化成液）中で単結晶基板11に陽極化成処理（陽極処理）を施すことによって形成することができる。

【0022】

ここで、電解液としては、例えば、弗化水素を含む溶液、弗化水素及びエタノールを含む溶液、弗化水素及びイソプロピルアルコールを含む溶液等が好適である。より具体的な例を挙げると、電解液としては、例えば、HF水溶液（HF濃度 = 49wt%）とエタノールを体積比2：1で混合した混合液が好適である。

40

【0023】

また、多孔質層12を互いに多孔度の異なる2層以上の層からなる多層構造としてもよい。ここで、多層構造の多孔質層12は、表面側に第1の多孔度を有する第1の多孔質層、その下に、第1の多孔度より大きい第2の多孔度を有する第2の多孔質層を含むことが好ましい。このような多層構造を採用することにより、後の非多孔質層13の形成工程において、第1の多孔質層上に、欠陥等の少ない非多孔質層13を形成することができると共に、後の分離工程において、所望の位置で結合基板を分離することができる。ここで、第1の多孔度としては、10%～30%が好ましく、15%～25%が更に好ましい。ま

50

た、第2の多孔度としては、35%～70%が好ましく、40%～60%が更に好ましい。

【0024】

電解質溶液として上記の混合液（HF濃度が49wt%の弗化水素酸：エタノール＝2：1）を利用する場合は、例えば、電流密度 $8\text{ mA/cm}^2$ 、処理時間5～11minの条件で第1層（表面側）を生成し、次いで、電流密度 $23\sim 33\text{ mA/cm}^2$ 、処理時間80sec～2minの条件で第2層（内部側）を生成することが好ましい。

【0025】

次いで、図2（b）に示す工程の第1段階では、多孔質層12上に第1の非多孔質層13を形成する。第1の非多孔質層13としては、単結晶シリコン層、多結晶シリコン層、非晶質シリコン層等のシリコン層、Ge層、SiGe層、SiC層、C層、GaAs層、GaN層、AlGaAs層、InGaAs層、InP層、InAs層等が好適である。

10

【0026】

次いで、図2（b）に示す工程の第2段階では、第1の非多孔質層13の上に第2の非多孔質層として絶縁層14を形成する。これにより第1の基板10が得られる。

【0027】

なお、絶縁層14は、結合を行う前に第2の基板20の表面に形成されてもよいし、絶縁層14を非多孔質層13及び第2の基板20の上に形成し、非多孔質層13と第2の基板20の上に形成された絶縁層14を介して接合してもよい。

【0028】

絶縁層14の形成方法としては、熱酸化法（ドライ酸化、ウェット酸化）、CVD法（プラズマCVD、熱CVD）等を用いることができるが、本発明の好適な実施の形態では、結合界面（絶縁層14と第2の基板20の界面）で結合に必要とされる水分量以上の余剰水分の水分量よりも、絶縁層14が吸収可能な水分量が大きくなればよい。特に、絶縁層14の膜厚を薄くした場合には、絶縁層14の含有水分量を少なくすることが望ましい。

20

【0029】

従って、絶縁層14のOH基密度を下げて、絶縁層14のOH基密度を $1.0 \times 10^{14}\text{ atom/cm}^2$ 未満とすることが望ましく、絶縁層14のOH基密度を $9.0 \times 10^{13}\text{ atom/cm}^2$ 未満とすることが更に望ましく、ドライ酸化法を用いて絶縁層14のOH基密度を約 $8.0 \times 10^{13}\text{ atom/cm}^2$ とすることが最も望ましい。

30

【0030】

次いで、図2（c）に示す工程では、第2の基板（handle wafer）20を準備し、第1の基板10と第2の基板20とを、第2の基板20と絶縁層14とが面するように室温で密着させて両者を結合し、結合基板50を作成する。

【0031】

なお、絶縁層14は、上記のように単結晶層13側に形成しても良いし、第2の基板20上に形成しても良いし、両者に形成しても良く、結果として、第1の基板と第2の基板を密着させた際に、図2（c）に示す状態になれば良い。しかしながら、上記のように、絶縁層14を活性層となる第1の非多孔質層（例えば、単結晶層）13側に形成することにより、第1の基板10と第2の基板20との結合の界面を活性層から遠ざけることができるため、より高品位のSOI基板等の半導体基板を得ることができる。

40

【0032】

基板10、20が完全に密着した後、両者の結合を強固にする処理を実施することが好ましい。この処理の一例としては、例えば、1)  $\text{N}_2$  雰囲気、1100、10minの条件で熱処理を実施し、2)  $\text{O}_2/\text{H}_2$  雰囲気、1100、50～100minの条件で熱処理（酸化処理）を実施する処理が好適である。この処理に加えて、或いは、この処理に代えて、陽極接合処理及び/又は加圧処理を実施してもよいし、これらの処理を組み合わせる実施してもよい。

【0033】

50

第2の基板20としては、シリコン基板、シリコン基板上にSiO<sub>2</sub>層を形成した基板、石英等の光透過性の基板、サファイヤ等が好適である。しかし、第2の基板20は、結合に供される面が十分に平坦であれば十分であり、他の種類の基板であってもよい。

【0034】

次いで、図2(d)に示す工程では、結合基板50を機械的強度が脆弱な多孔質層12の部分で分離する。この分離方法としては、各種の方法を採用しうるが、例えば、流体を多孔質層12に打ち込む方法、或いは、流体により多孔質層12に静圧を印加する方法など、流体を利用する方法が好ましいが、楔等を用いてもよい。

【0035】

この分離工程により、第1の基板10の移設層(非多孔質層13、絶縁層14)が第2の基板20上に移設される。なお、第1の基板10の多孔質層12上に非多孔質層13のみを形成する場合の移設層は、非多孔質層13のみである。

10

【0036】

図2(e)に示す工程では、分離後の第2の基板20上の多孔質層12''をエッチング等により選択的に除去する。これにより、絶縁層14上に非多孔質層13を有する基板が得られる。例えば、非多孔質層13が半導体層である場合、このような半導体層は、SOI層(Semiconductor On Insulator 又は Silicon On Insulator)と呼ばれ、また、このようなSOI層を有する基板は、SOI基板と呼ばれる。

【0037】

更に、分離後の第1の基板10'の単結晶基板11上の多孔質層12'をエッチング等により選択的に除去する。このようにして得られる単結晶基板11は、再び第1の基板10を形成するための基板、又は第2の基板20として利用され得る。

20

【0038】

[第2の実施形態]

図3は、本発明の好適な第2の実施形態に係る基板の製造方法を説明する図である。

【0039】

まず、図3(a)に示す工程では、第1の基板(seed wafer)21を形成するための単結晶基板21を用意する。

【0040】

次いで、単結晶基板21表面に絶縁層22を形成する。絶縁層22の形成方法としては、熱酸化法(ドライ酸化、ウェット酸化)、CVD法(プラズマCVD、熱CVD)等を用いることができるが、本発明の好適な実施の形態では、結合界面(絶縁層22と第2の基板24の界面)における結合に必要なとされる水分量以上の余剰水分の水分量よりも、絶縁層22が吸収可能な水分量が大きくなればよい。特に、絶縁層22の膜厚を薄くした場合には、絶縁層22の含有水分量を少なくすることが望ましい。

30

【0041】

従って、絶縁層22のOH基密度を下げて、絶縁層22のOH基密度を $1.0 \times 10^{14}$  atom/cm<sup>2</sup>未滿とすることが望ましく、絶縁層22のOH基密度を $9.0 \times 10^{13}$  atom/cm<sup>2</sup>未滿とすることが更に望ましく、ドライ酸化法を用いて絶縁層22のOH基密度を約 $8.0 \times 10^{13}$  atom/cm<sup>2</sup>とすることが最も望ましい。

40

【0042】

次いで、図3(c)に示す工程では、単結晶基板21の主面から希ガス、水素及び窒素のうち少なくとも1種の元素をイオン注入し、単結晶基板21内部にイオン注入層23を形成すると共に、単結晶基板21の領域がイオン注入層23により分割された単結晶領域21'を形成する。

【0043】

次いで、図3(d)に示す工程では、第2の基板(handle wafer)24を準備し、第1の基板21と第2の基板24とを、第2の基板24と絶縁層22とが面するように室温で密着させて両者を結合し、結合基板を作成する。

【0044】

50

次いで、図3(e)に示す工程では、アニール処理を施してイオン注入層23で結合基板を分離すると共に、分割されたイオン注入層23'、23''を形成する。分離方法としては、加圧、引っ張り、せん断、楔、等の外圧をかける方法、加熱する方法、熱応力をかける方法又は軟化させる方法等があるが、これらの方法に限定されるものではない。

【0045】

なお、第1の基板21として、シリコン単結晶上にエピタキシャル層を積層させた基板を用いてもよい。また、絶縁層22は、上記のように第1の基板21側に形成しても良いし、第2の基板24側に形成しても良いし、両者に形成しても良い。

【0046】

このように、本発明の好適な実施の形態では、イオン注入時エネルギー及びイオン注入を行う前に第1の基板に予め形成した絶縁層の膜厚に依存することなく、薄いBOX層を含むSOI基板を作製することができる。

10

【0047】

以下、本発明を実施例に基づき説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されない。

【実施例1】

【0048】

本発明の実施例に係る基板の製造方法を図2に示す。図2は、第1の実施形態に係る基板の製造方法に対応する。

【0049】

725 $\mu\text{m}$ の厚みを持った比抵抗0.01 $\cdot\text{cm}$ のP型プライム(prime)若しくはダミーグレード(dummy grade)の基板、又は比抵抗1~100 $\cdot\text{cm}$ のP型プライム基板を用意した。この基板の表面にHF溶液を用いて陽極化成を行った。陽極化成条件は以下の通りであった。

20

【0050】

<第1段階の陽極化成条件>

電流密度 : 7 (mA/cm<sup>2</sup>)  
 陽極化成溶液 : HF : H<sub>2</sub>O : C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH = 1 : 1 : 1  
 処理時間 : 5 (min)  
 多孔質シリコン厚 : 4.5 ( $\mu\text{m}$ )

<第2段階の陽極化成条件>

電流密度 : 30 (mA/cm<sup>2</sup>)  
 陽極化成溶液 : HF : H<sub>2</sub>O : C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH = 1 : 1 : 1  
 処理時間 : 10 (sec)  
 多孔質シリコン厚 : 0.2 ( $\mu\text{m}$ )

30

本実施例では、多孔質層12を2層構造として、第1段階で低電流で形成した表面側の多孔質層12を高品質のエピタキシャルシリコン層13を形成するために用い、第2段階で高電流で形成した下層の多孔質層12を分離層として用いた。なお、第1段階の陽極化成処理で形成する多孔質層12の厚さは、上記の例に限定されず、例えば、数百 $\mu\text{m}$ ~0.1 $\mu\text{m}$ が好適である。また、第2段階の陽極化成処理で形成する多孔質層12の厚さに関しても、上記の例に限定されず、以降の分離工程の条件等に応じて適宜変更し得る。また、多孔質層12は、1層構造でもよいし、3層以上の構造としてもよい。

40

【0051】

この基板を酸素雰囲気中400 $^{\circ}\text{C}$ で1時間酸化した。この酸化処理によって、エピタキシャルシリコン表面に形成された多孔質シリコンの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。その後、0.7wt% HF溶液に30秒浸けた後、よく水洗し、よく乾燥させてエピタキシャル装置に設置して、多孔質シリコン上にCVD (Chemical Vapor Deposition) 法により単結晶シリコン13を94nmエピタキシャル成長した。更に、このエピタキシャルシリコン層13表面にドライ酸化により25nmのSiO<sub>2</sub>層14を形成した。ドライ酸化の酸化条件は次の通りである。

酸化温度 : 1000

50

酸素ガス：O<sub>2</sub>、20SLM

保持時間：22分

上記SiO<sub>2</sub>層14表面と別に用意したシリコン基板20の表面とを重ね合わせ、接触させた後、1000、3時間の熱処理をし、結合を行った。

【0052】

次いで、結合基板50を噴射ノズルに対向させた状態で、処理装置にセットし、直径0.1mmの噴射ノズルから500kgf/cm<sup>2</sup>の圧力の流体（例えば、水）を数秒間にわたって突出部に向けて噴射して、結合基板50に分離開始部を形成した。

【0053】

更に、分離開始部に流体が打ち込まれている状態で、噴射ノズルから噴射する流体の圧力を400kgf/cm<sup>2</sup>に低下させると共に、結合基板50を回転させながら結合基板50を多孔質層12の部分で完全に分離を行った。その結果、多孔質シリコン12が破壊し基板は多孔質シリコン中で2分割され、多孔質シリコン12'、12''が表出した。

10

【0054】

その後、多孔質層12''を49%フッ酸と30%過酸化水素水との混合液（混合比1：5）で攪拌しながら選択エッチングした。単結晶シリコン13はエッチングされずに残り、単結晶シリコン13をエッチストップの材料として多孔質シリコン12''はエッチングされ、完全に除去された。

【0055】

非多孔質シリコン13のエッチング液に対するエッチング速度は極めて低く、多孔質層12''のエッチング速度との選択比は10<sup>5</sup>以上にも達し、非多孔質層13のエッチングにおけるエッチング量（数十オングストローム程度）は実用上無視できる。

20

【0056】

すなわち、絶縁層14上に75nmの厚みを持った単結晶シリコン13が形成できた。多孔質シリコン12''の選択エッチングによっても単結晶シリコン層13には何ら変化はなかった。

【0057】

透過電子顕微鏡による断面観察の結果、薄膜シリコン層13には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。また、レーザーによる光の散乱を利用した異物測定器における測定の結果、BOX層の形成で膜中水分量の少ないドライ酸化を用いることにより、BOX膜厚を25nmと薄くした際にボイド不良は見られなかった。

30

【0058】

表1は、酸化手法の違いによるBOX膜厚とボイド個数の関係を示す図である。表1には、ドライ酸化とウェット酸化のそれぞれの方法での同一の酸化膜厚を形成し、その後、同じプロセスにてSOI構造を形成した際のボイド発生状況が示される。表1より、ドライ酸化においてはBOX膜厚50nm以下でもボイド不良の増加は見られないが、ウェット酸化において作製したSOI基板ではBOX膜厚50nm以下でボイド不良の増加が見られた。

【0059】

40

【表1】

	BOX膜厚25nm	BOX膜厚50nm	BOX膜厚75nm
ドライ酸化	0	0	0
ウェット酸化	4	2	0

(単位:個/Wafer)

50

## 【0060】

また、上記基板を、HF溶液に15分浸けた後に、光学顕微鏡で基板全面を確認したところHFにより埋め込み酸化膜(BOX)に穴が空いている個所は、一個所と極めて少なかった。

水素アニール処理では、表面エネルギーを下げるべく表面原子のマイグレーションが生じるため選択エッチングによる表面荒れを平坦・平滑化することができる。原子間力顕微鏡での評価において、50 $\mu$ m角の領域での平均2乗粗さが0.2nmと、通常市販されている研磨仕上げのシリコン基板と同等以上にすることができた。

## 【実施例2】

## 【0061】

本発明の実施例に係る基板の製造方法を図2に示す。図2は、第1の実施形態に係る基板の製造方法に対応する。

## 【0062】

725 $\mu$ mの厚みを持った比抵抗0.01 $\cdot$ cmのP型プライム若しくはダミーグレード、又は比抵抗1~100 $\cdot$ cmのP型プライム基板を用意した。この基板の表面にHF溶液を用いて陽極化成を行った。陽極化成条件は以下の通りであった。

## 【0063】

<第1段階の陽極化成条件>

電流密度 : 32.5 (mA/cm<sup>2</sup>)

陽極化成溶液 : HF : IPA = 1 : 0.2

処理時間 : 2.5 (min)

多孔質シリコン厚 : 6 ( $\mu$ m)

<第2段階の陽極化成条件>

電流密度 : 97.5 (mA/cm<sup>2</sup>)

陽極化成溶液 : HF : IPA = 1 : 0.2

処理時間 : 30 (sec)

多孔質シリコン厚 : 3 ( $\mu$ m)

本実施例では、多孔質層12を2層構造として、第1段階で低電流で形成した表面側の多孔質層12を高品質のエピタキシャルシリコン層13を形成するために用い、第2段階で高電流で形成した下層の多孔質層12を分離層として用いた。なお、第1段階の陽極化成処理で形成する多孔質層12の厚さは、上記の例に限定されず、例えば、数百 $\mu$ m~0.1 $\mu$ mが好適である。また、第2段階の陽極化成処理で形成する多孔質層12の厚さに関しても、上記の例に限定されず、以降の分離工程の条件等に応じて適宜変更し得る。また、多孔質層12は、1層構造でもよいし、3層以上の構造としてもよい。

## 【0064】

この基板を酸素雰囲気中400 $\cdot$ で1時間酸化した。この酸化によりエピタキシャルシリコン表面に形成された多孔質シリコンの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。その後、0.7wt% HF溶液に30秒浸けた後、よく水洗し、よく乾燥させてエピタキシャル装置に設置して、多孔質シリコン上にCVD (Chemical Vapor Deposition) 法により単結晶シリコン13を75nmエピタキシャル成長した。別に用意したシリコン基板表面にドライ酸化により5nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。ドライ酸化の酸化条件は次の通りである。

酸化温度 : 800

酸素ガス : O<sub>2</sub>、20SLM

保持時間 : 10分

上記2枚の基板表面を重ね合わせ、接触させた後、900 $\cdot$ 、4時間の熱処理をし、結合を行った。

## 【0065】

次いで、結合基板50を噴射ノズルに対向させた状態で、処理装置にセットし、直径0.3mmの噴射ノズルから300kgf/cm<sup>2</sup>の圧力の流体(例えば、水)を数秒間にわたって突出部に向けて噴射して、結合基板50に分離開始部を形成した。

10

20

30

40

50

## 【0066】

更に、分離開始部に流体が打ち込まれている状態で、噴射ノズルから噴射する流体の圧力を  $400 \text{ kgf/cm}^2$  に低下させると共に、結合基板50を回転させながら結合基板50を多孔質層12の部分で完全に分離を行った。その結果、多孔質シリコン12が破壊し基板は多孔質シリコン中で2分割され、多孔質シリコン12'、12''が表出した。

## 【0067】

その後、多孔質層12''を49%フッ酸と30%過酸化水素水との混合液(混合比1:5)で攪拌しながら選択エッチングした。単結晶シリコン13はエッチングされずに残り、単結晶シリコン13をエッチストップの材料として多孔質シリコン12''はエッチングされ、完全に除去された。

10

## 【0068】

非多孔質シリコン13のエッチング液に対するエッチング速度は極めて低く、多孔質層12''のエッチング速度との選択比は  $10^5$  以上にも達し、非多孔質層13のエッチングにおけるエッチング量(数十オングストローム程度)は実用上無視できる。

## 【0069】

すなわち、シリコン単結晶14上に75nmの厚みを持った単結晶シリコン13が形成できた。多孔質シリコン12''の選択エッチングによっても単結晶シリコン層13には何ら変化はなかった。

## 【0070】

透過電子顕微鏡による断面観察の結果、薄膜シリコン層13には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。また、レーザーによる光の散乱を利用した異物測定器における測定の結果、BOX層の形成で膜中水分量の少ないドライ酸化を用いることにより、BOX膜厚を25nmと薄くした際にボイド不良は見られなかった。

20

## 【0071】

上記基板を、HF溶液に15分浸けた後に、光学顕微鏡で基板全面を確認したところHFにより埋め込み酸化膜(BOX)に穴が空いている個所は、一個所と極めて少なかった。

## 【0072】

水素アニール処理では、表面エネルギーを下げるべく表面原子のマイグレーションが生じるため選択エッチングによる表面荒れを平坦・平滑化することができる。原子間力顕微鏡での評価において50 $\mu\text{m}$ 角の領域での平均2乗粗さが0.2nmと、通常市販されている研磨仕上げのシリコン基板と同等以上にすることができた。

30

## 【実施例3】

## 【0073】

本発明の実施例に係る基板の製造方法を図2に示す。図2は、第1の実施形態に係る基板の製造方法に対応する。

## 【0074】

725 $\mu\text{m}$ の厚みを持った比抵抗  $0.01 \sim 1 \cdot \text{cm}$  のP型プライム若しくはダミーグレード、又は比抵抗  $1 \sim 100 \cdot \text{cm}$  のP型プライム基板を用意した。この基板の表面にHF溶液を用いて陽極化成を行った。陽極化成条件は以下の通りであった。

40

## 【0075】

<第1段階の陽極化成条件>

電流密度 :  $32.5 \text{ (mA/cm}^2\text{)}$   
 陽極化成溶液 : HF : IPA = 1 : 0.2  
 処理時間 : 1.0 (min)  
 多孔質シリコン厚 : 2.0 ( $\mu\text{m}$ )

<第2段階の陽極化成条件>

電流密度 :  $97.5 \text{ (mA/cm}^2\text{)}$   
 陽極化成溶液 : HF : IPA = 1 : 0.2

50

処理時間 : 10 (sec)  
 多孔質シリコン厚 : 1 (μm)

本実施例では、多孔質層12を2層構造として、第1段階で低電流で形成した表面側の多孔質層12を高品質のエピタキシャルシリコン層13を形成するために用い、第2段階で高電流で形成した下層の多孔質層12を分離層として用いた。なお、第1段階の陽極化成処理で形成する多孔質層12の厚さは、上記の例に限定されず、例えば、数百μm~0.1μmが好適である。また、第2段階の陽極化成処理で形成する多孔質層12の厚さに関しても、上記の例に限定されず、以降の分離工程の条件等に応じて適宜変更し得る。また、多孔質層12は、1層構造でもよいし、3層以上の構造としてもよい。

#### 【0076】

この基板を酸素雰囲気中400で1時間酸化した。この酸化によりエピタキシャルシリコン表面に形成された多孔質シリコンの孔の内壁は熱酸化膜で覆われた。その後、0.7wt% HF溶液に30秒浸けた後、よく水洗し、よく乾燥させてエピタキシャル装置に設置して、多孔質シリコン上にCVD (Chemical Vapor Deposition) 法により単結晶シリコン13を55nmエピタキシャル成長した。更に、このエピタキシャルシリコン層13表面にドライ酸化により5nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。酸化条件は次の通りである。

酸化温度 : 800  
 酸素ガス : O<sub>2</sub>、20SLM  
 保持時間 : 10分

別に用意したシリコン基板表面にドライ酸化により5nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。酸化条件は次の通りである。

酸化温度 : 800  
 酸素ガス : O<sub>2</sub>、20SLM  
 保持時間 : 10分

上記2枚の基板表面を重ね合わせ、接触させた後、1100、2時間の熱処理をし、結合を行った。

#### 【0077】

次いで、結合基板50を噴射ノズルに対向させた状態で、処理装置にセットし、直径0.3mmの噴射ノズルから300kgf/cm<sup>2</sup>の圧力の流体(例えば、水)を数秒間にわたって突出部に向けて噴射して、結合基板50に分離開始部を形成した。

#### 【0078】

更に、分離開始部に流体が打ち込まれている状態で、噴射ノズルから噴射する流体の圧力を400kgf/cm<sup>2</sup>に低下させると共に、結合基板50を回転させながら結合基板50を多孔質層12の部分で完全に分離を行った。その結果、多孔質シリコン12が破壊し基板は多孔質シリコン中で2分割され、多孔質シリコン12'、12''が表出した。

#### 【0079】

その後、多孔質層12''を49%フッ酸と30%過酸化水素水との混合液(混合比1:5)で攪拌しながら選択エッチングした。単結晶シリコン13はエッチングされずに残り、単結晶シリコン13をエッチストップの材料として多孔質シリコン12''はエッチングされ、完全に除去された。

#### 【0080】

非多孔質シリコン13のエッチング液に対するエッチング速度は極めて低く、多孔質層12''のエッチング速度との選択比は10<sup>5</sup>乗以上にも達し、非多孔質層13のエッチングにおけるエッチング量(数十オングストローム程度)は実用上無視できる。

#### 【0081】

すなわち、絶縁層14上に50nmの厚みを持った単結晶シリコンが形成できた。多孔質シリコン12''の選択エッチングによっても単結晶シリコン層13には何ら変化はなかった。

#### 【0082】

10

20

30

40

50

透過電子顕微鏡による断面観察の結果、薄膜シリコン層 13 には新たな結晶欠陥は導入されておらず、良好な結晶性が維持されていることが確認された。また、レーザーによる光の散乱を利用した異物測定器における測定の結果、BOX 層の形成で膜中水分量の少ないドライ酸化を用いることにより、BOX 膜厚を 10 nm と薄くした際にボイド不良は見られなかった。

【0083】

上記基板を、HF 溶液に 15 分浸けた後に、光学顕微鏡で基板全面を確認したところ HF により埋め込み酸化膜 (BOX) に穴が空いている個所は、一個所と極めて少なかった。

【0084】

水素アニール処理では、表面エネルギーを下げるべく表面原子のマイグレーションが生じるため選択エッチングによる表面荒れを平坦・平滑化することができる。原子間力顕微鏡での評価において、50 μm 角の領域での平均 2 乗粗さが 0.2 nm と、通常市販されている研磨仕上げのシリコン基板と同等以上にすることができた。

【実施例 4】

【0085】

本発明の実施例に係る基板の製造方法を図 3 に示す。図 3 は、第 2 の実施形態に係る基板の製造方法に対応する。

【0086】

第 1 の単結晶シリコン基板 21 上に熱酸化により 20 nm の SiO<sub>2</sub> 膜 22 を形成した。

酸化温度：900

酸素ガス：O<sub>2</sub>、20 SLM

保持時間：25 分

表面の SiO<sub>2</sub> 膜 22 を通して H<sup>+</sup> を 100 keV で  $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  イオン注入した。別に用意したシリコン基板 (第 2 の基板) 24 の表面と重ね合わせ、接触させた後、600 でアニールしたところ、イオン注入の投影飛程付近で 2 枚に分離され、第 2 の基板 24 上には、20 nm の SiO<sub>2</sub> 膜、その上に表面の荒れた約 850 nm の単結晶膜を有した SOI 基板が得られた。この基板の結合強度を向上させるために、1000、4 時間の熱処理を行った。更に、分離した単結晶シリコンの荒れの平坦化および、SOI 層を任意の膜厚にするために、CMP により表面単結晶シリコン膜を 750 nm 研削研磨した。ここでのシリコン表面の平坦化は、CMP に代えて水素アニールを行ってもよいし、CMP を行った後に水素アニールを行ってもよい。また、SOI 層の薄膜化手法としては、犠牲酸化を利用してエッチングする手法を用いてもよい。

【0087】

こうして、シリコン基板上に 20 nm の厚みを持った酸化膜、更にその上に 100 nm の厚さを有した単結晶シリコン層が形成できた。また、レーザーによる光の散乱を利用した異物測定器における測定の結果、BOX 層の形成で膜中水分量の少ないドライ酸化を用いることにより、BOX 膜厚を 20 nm と薄くした際にボイド不良は見られなかった。

【0088】

上記基板を、HF 溶液に 15 分浸けた後に、光学顕微鏡で基板全面を確認したところ HF により埋め込み酸化膜 (BOX) に穴が空いている個所は一個所と極めて少なかった。

【実施例 5】

【0089】

本発明の実施例に係る基板の製造方法を図 3 に示す。図 3 は、第 2 の実施形態に係る基板の製造方法に対応する。

【0090】

第 1 の単結晶シリコン基板 21 上に熱酸化により 10 nm の SiO<sub>2</sub> 膜 22 を形成した。

酸化温度：900

10

20

30

40

50

酸素ガス：O<sub>2</sub>、20SLM

保持時間：18分

表面のSiO<sub>2</sub>膜22を通してH<sup>+</sup>を50keVで8×10<sup>16</sup>cm<sup>-2</sup>イオン注入した。別に用意したシリコン基板24の表面にドライ酸化により5nmのSiO<sub>2</sub>層を形成した。酸化条件は次の通りである。

酸化温度：800

酸素ガス：O<sub>2</sub>、20SLM

保持時間：10分

これら2枚のウェーハを重ね合わせ、接触させた後、500 でアニールしたところ、イオン注入の投影飛程付近で2枚に分離され、第2の基板上24には、15nmのSiO<sub>2</sub>膜、その上に表面の荒れた約550nmの単結晶膜を有したSOI基板が得られた。この基板の結合強度を向上させると共に、分離したSOI層を任意の膜厚にするために、1100、4時間の熱処理を行い、単結晶シリコン層に200nm酸化層を形成した。その後、200nmの酸化膜をBHF（バッファードフッ化水素）により除去することによって、シリコン基板上に15nmの厚みを持った酸化膜、更にその上に350nmの厚さを有した単結晶シリコン層が形成できた。

10

【0091】

また、レーザーによる光の散乱を利用した異物測定器における測定の結果、BOX層の形成で膜中水分量の少ないドライ酸化を用いることにより、BOX膜厚を15nmと薄くした際にボイド不良は見られなかった。

20

【0092】

上記基板を、HF溶液に15分浸けた後に、光学顕微鏡で基板全面を確認したところHFにより埋め込み酸化膜（BOX層）に穴が空いている個所は見られなかった。

【図面の簡単な説明】

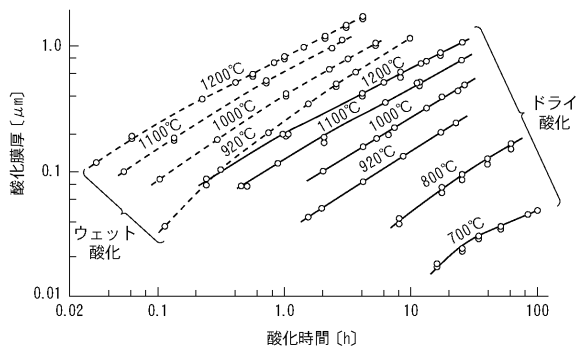
【0093】

【図1】ドライ酸化とウェット酸化における酸化膜厚の成長速度を示す図である。

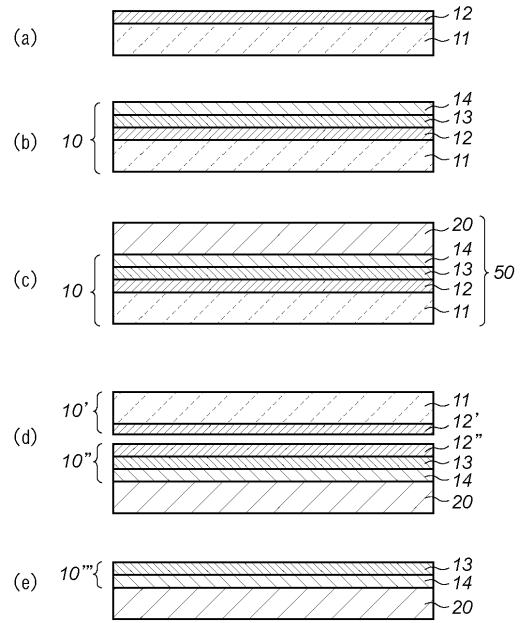
【図2】本発明の好適な第1の実施形態に係る基板の製造方法を説明する図である。

【図3】本発明の好適な第2の実施形態に係る基板の製造方法を説明する図である。

【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】

