

博士論文

集光型赤外線加熱炉を用いた
ハーフインチシリコン CVD 装置開発

A Research on Half-Inch Silicon CVD Reactor Using
Concentrated Infrared Light Heater

横浜国立大学 大学院工学府

李寧

Ning Li

2017年3月

第一章 序論	1
1.1 半導体用シリコン	1
1.2 シリコンエピタキシャル成長	3
1.3 半導体製造装置	4
1.4 半導体産業における生産技術現状	7
1.5 ミニマル・ファブ	8
1.6 既往の研究	12
1.7 本研究の目的	13
第二章 集光型加熱炉を用いたハーフインチシリコン CVD 装置	15
2.1 エピタキシャル成長機構	15
2.2 表面化学反応	20
2.3 実験装置	21
2.4 集光型加熱炉	24
2.5 基板回転装置	25
2.6 シリコン基板の温度調整	26
2.7 エピタキシャル成長プロセス	27
2.8 成膜条件	28

第三章 総ガス流量の効果	30
3.1 集光型加熱炉における熱平衡	30
3.2 総ガス流量を減少することにより生じる温度変化	31
3.3 シリコンウエハの温度とランプ加熱電圧の関係	35
3.4 総ガス流量を減少することにより生じる成膜速度変化	40
3.5 温度調整と成膜表面様子	41
3.6 結言	43
第四章 反射鏡構造の効果	44
4.1 二種類の反射鏡の構造について	44
4.2 二種類の反射鏡における成長プロセス	47
4.3 二種類の反射鏡におけるシリコン基板の温度比較	50
4.4 タイプII-肉薄型反射鏡におけるプロセス最適化	53
4.5 結言	55
第五章 膜厚分布均一化方法	56
5.1 基板回転とサセプタ	57
5.2 基板回転により生じる効果	59
5.3 SiC サセプタの使用により生じる効果	63

5.4 結言	65
第六章 反応容器壁面冷却の効果	66
6.1 冷却装置	66
6.2 冷却装置により生じる温度変化	67
6.3 冷却装置により生じる膜表面形態変化	69
6.4 結言	76
第七章 熱収支の考察に基づく総ガス流量削減	77
7.1 シリコンウエハの温度に影響する要因	78
7.2 水総水素流量の減少により生じる温度変化	79
7.3 反応装置内熱の移動現象	82
7.4 結言	83
第八章 まとめと今後の展開	84
8.1 まとめ	84
8.2 今後の方針	88
謝辞	94
参考文献	96

第一章 序論

半導体シリコンはトランジスタ、メモリーやマイクロプロセッサとしてテレビ受像機、携帯電話やコンピュータなどの電気製品（電子機器）に内蔵され、さらに自動車や各種産業機器などにも組込まれている、このように、生活にも、産業にも不可欠なものである。

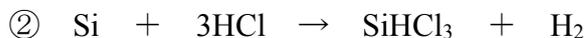
1.1 半導体用シリコン

多結晶シリコンは、1955年にトリクロロシランガスを原料としたシーメンス法により製造を始められ、その後、モノシランガスを原料としたコマツ社法により生産が開始された。シリコンの製造の流れは、珪石・珪砂（二酸化珪素）⇒金属シリコン⇒多結晶シリコン⇒単結晶シリコンとなる。現在、多結晶シリコンの製造に工業的に用いられているのは、次の三種類である。¹⁾(1)、シーメンス法：トリクロロシランの熱分解により棒状の多結晶シリコンを製造する方法。(2)、コマツ-ASiMI社法：モノシランの熱分解により棒状の多結晶シリコンを製造する方法。(3)、エチル社法：モノシランの流動層の熱分解反応により粒状の多結晶シリコンを製造する方法。シーメンス法は主流方法であり、次のように多結晶シリコンを製造する。



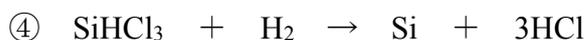
地殻の12%を占める天然のシリカをカーボンで還元して金属シリコンを製

造する。



約 98~99%の金属シリコンを塩化水素と反応させてトリクロロシランを製造する。

③ 蒸留によってトリクロロシランを精製して高純度のトリクロロシランガを製造する。



高純度トリクロロシランを原料として化学気相堆積（CVD）法で高純度の多結晶シリコンを製造する。

半導体デバイスの基板となる単結晶シリコンは、多結晶シリコンを加熱熔融しその融液を固化するプロセスにより製造する。単結晶シリコンを製造する工業的な方法は CZ 法（チョクラルスキー法、Czochralski 法）と FZ 法（フローティングゾーン法、FloatingZone 法）に大別される。CZ 法には、高純度の多結晶シリコンを石英坩堝に入れ、高温で加熱してシリコン融液を作り、その中に作製したい方位の種結晶を融液表面に接触させてゆっくり引き上げる。この方法では単結晶化した固体の部分と融液との形状や温度分布を最適に制御することが良質の単結晶を製造することに大切である。FZ 法では、回転する保持部に種結晶を取り付け、その上に接して高純度の多結晶シリコンを置く。この接触部を加熱

して溶かす。種結晶に接した多結晶の部分が冷却して単結晶化する。この方法では、坩堝とシリコンが直接接触していないため、酸素や重金属などの不純物汚染が少ないこと、および、高抵抗率の単結晶が成長できるなどの特徴がある。約85%の先端デバイス製造用シリコンウエハは、CZ法で製造した単結晶シリコンから加工される。

1.2 シリコンエピタキシャル成長

エピタキシャル成長の研究開発は1930年代頃から始まり、半導体素子を個別半導体素子、バイポーラIC、MOSICと分類した場合、エピタキシャルウエハはそれら全領域にわたって利用されている。

シリコンエピタキシャル成長とは、シリコン基板の上にシリコン結晶の薄膜を形成させることを指す。基板と薄膜が同じ物質である場合をホモエピタキシャル成長、異なる物質である場合をヘテロエピタキシャル成長と呼ぶ。エピタキシャル成長方法は、気相エピタキシー法 (Vapor Phase Epitaxy(VPE))、液相エピタキシー法 (Liquid Phase Epitaxy(LPE))、分子線エピタキシー法 (Molecular beam Epitaxy(MBE))などに分類されている。気相エピタキシーはさらに化学気相堆積法 (Chemical Vapor Deposition(CVD)) や物理気相堆積法 (Physical Vapor Deposition(PVD)) に分けられる。これらのエピタキシャル成長法の中でシリコン

エピタキシャル成長法として最も広く研究され、応用されているのは H-Si-Cl 系 CVD 法に関するものである。この方法は高温に加熱されたシリコン基板上に水素キャリアによりシリコンソースガスを供給し、基板上で H-Si-Cl 系の反応を通じてシリコン単結晶を堆積、成長させるものである。シリコンエピタキシャル成長で工業的に用いられるシリコンソースガスとしては、ほぼ SiCl_4 、 SiHCl_3 、 SiH_2Cl_2 、 SiH_4 の 4 種類に限定して考えて良い。本研究において、 SiHCl_3 をシリコンソースガスとして用いた。

1.3 半導体製造装置

半導体産業といえればすべての産業の中で最も先端的な製造技術によって製品を生み出す分野であり、それを生み出しているのが半導体製造装置²⁾である。半導体製造装置は半導体デバイスを製造するために必要な製造装置であり、言い換えれば“道具”である。半導体製造工程は Fig.1-1 に示すように、いくつかに分けられる。半導体デバイスの製造工程は、単結晶製造工程、マスク製造工程、前工程、後工程に分けられる。一般には半導体製造装置と言えれば前工程、後工程、共通装置等に分類するのが普通である。前工程は、シリコン基板に加工処理を施すウエハプロセスと呼ばれる工程であり、後工程はウエハプロセス終了後にチップをパッケージに組み込み、テストする工程である。

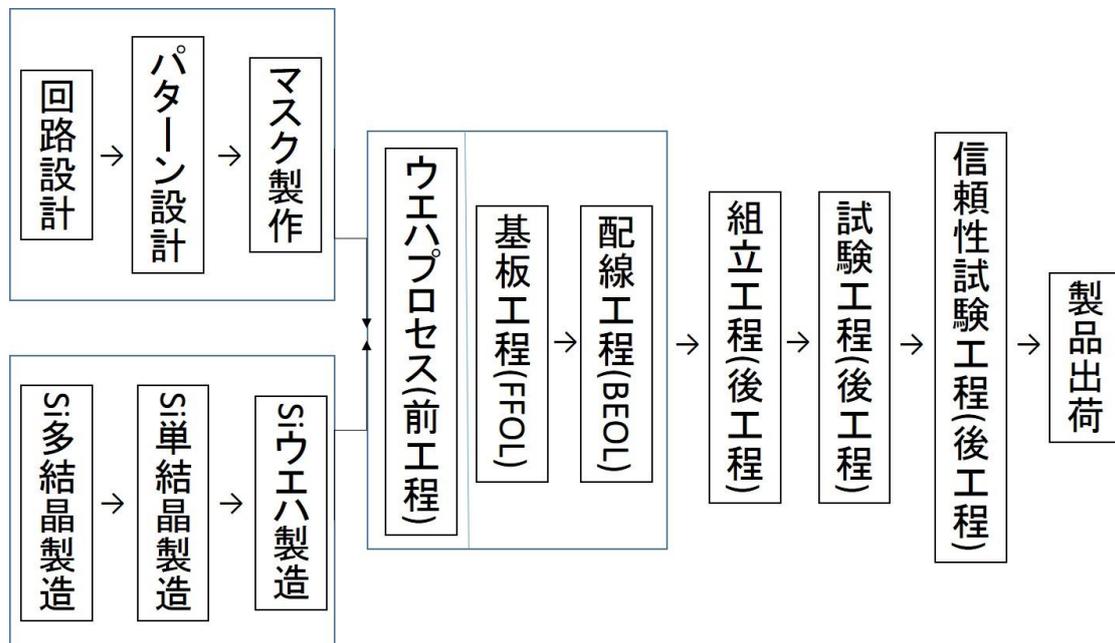


Fig.1-1 半導体製造工程

半導体製造装置のうち、特にウエハプロセス関連装置は実に様々な技術要素から作り上げられている。各装置は全体として一つのシステムであり、処理チャンバー、ガス供給系、真空排気系やウエハ搬送系など機能ブロックを組み合わせで全体が構成されている。

ウエハプロセス (前工程) の中で、薄膜形成装置は、最も広範囲に用いられており、多くの原理及び方式が適用されている。大別すれば CVD(化学気相成長)装置、PVD(物理気相成長)装置、塗布によるコーティング装置に区分される。CVD装置はエピタキシャル成長にのみ用いられるエピタキシャル成長装置をはじめ

として常圧、減圧、プラズマに区分される。Fig.1-2 は、薄膜形成装置 (CVD 装置) の分類を示す。本研究において、常圧で赤外線ランプを用いた CVD 装置による研究を行った。

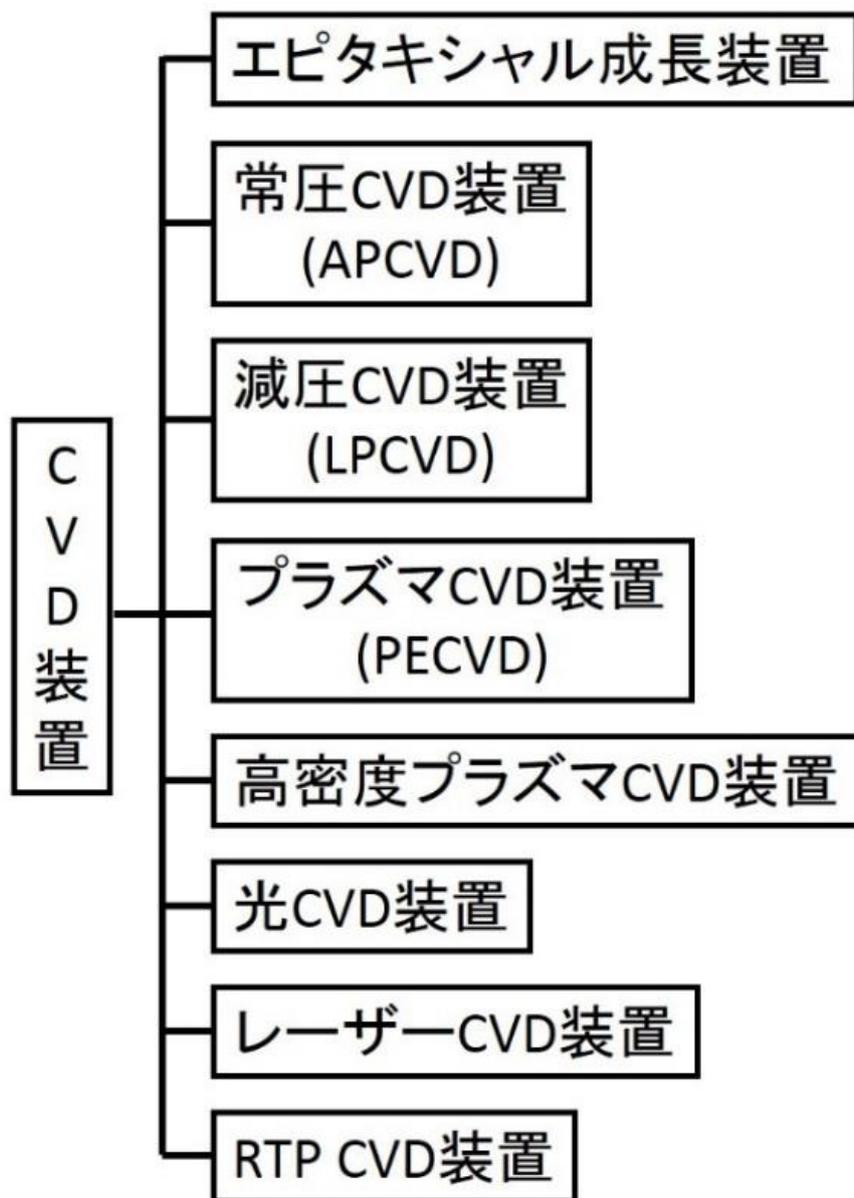


Fig.1-2 薄膜形成装置の分類(CVD 装置)

1.4 半導体産業における生産技術現状

1959年に半導体集積回路が発明されてから約70年が経過し、半導体産業の歴史も半世紀に及んでいる。現在の半導体産業においては、大量生産・大量消費を目的とした生産システムが主流であり、MOS用基板の直径は6インチから8インチ、さらに300mmとますます大口径化しつつあり、さらには直径450mmの基板の開発も研究されている。ウエハを大口径化した時、その処理にかかる総コストの増加率が、一枚のウエハに載るICチップ数の増加率を下回れば、IC一個当たりの製造コストを低減できることになる。ただし、ウエハの大口径化によるコストメリットを実現するためには、製造装置メーカーを含め、ウエハメーカーと半導体ICメーカーが、様々な技術的問題・課題を解決しなければならない。たとえば、エピタキシャルウエハのコストは装置の単位時間当たりのウエハの処理量と装置当たりの全費用(固定費、変動費)で決まり、ウエハ一枚当たりのエピ・コストは次の式³⁾で表示される。

$$\text{一枚あたりのエピ・コスト} = [\text{全費用(固定費+変動費)}] / (\text{ウエハ処理量})$$

(1-1)

エピ・コストを下げるためには、費用を下げるかウエハの処理量を増やすことが必要になる。固定費としては装置価格やガス供給、排ガス処理設備などの付帯

設備の費用が含まれ、変動費としては基板としてのウエハ代や電気代、水素などのガスのランニング費用がある。ウエハの処理量を増やすためには、装置メンテナンスやチャンバ内のクリーニング時間の短縮による装置稼働率の向上や、プロセス時間の短縮等を行うことが必要となる。大口径化における課題は、製造装置の金額が高くなること、そして、装置の巨大化に伴って開発投資が巨額になることなどである。CVD（Chemical Vapor Deposition）装置にはガス供給系、ガス処理系、インターロックなど付帯するシステムが必須であるため、システム全体がそもそも複雑で大きいことに加えて、大口径化することによりガスの使用量が増えるために、更に巨大化して行く。CVD法は、基板上に反応性ガスを供給して化学反応によりウエハ上に成膜する方法であり、多種類・多量のガスの管理とステージサセプタ全体を加熱するために電力供給が必要である。これらが原因となって、大口径を軸とする技術の開発は容易ではなくなりつつある。

1.5 ミニマル・ファブ

ところで、現在の電子機器は、極めて多様になっているため、様々な種類の集積回路部品を少量ずつ製造（変種変量）する生産システムが必要である。大量生産システムに代わり、様々な種類の半導体素子が無駄なく適切なコストで生産するためには「必要なものを、必要な時に、必要な量だけ生産する持続可能な

生産システム」であることが必要であり、それを実現するために、小さなウエハによる半導体生産システム「ミニマル・ファブ」⁴⁾が提案されている。

「変種変量」とは、様々な種類、様々な量を扱えて、大量にも少量にも対応できるということである。自動車、船舶、飛行機などは、すでに変種変量に移っているが、半導体の現状では市場が飽和しているにも関わらず、生産システムの方が、大量生産向けのままである。そこで、システムを革新し、ミニマル・ファブを用いて変種変量生産側へ移行できると考えられた。

現代の電子産業の問題点が「硬直化」、「複雑化」、「局所最適化」に分けられることに対して、ミニマル・ファブでは、硬直化したものについて柔軟化にして、複雑化したものは単純化にして、局所最適化したものは統合化・全体最適化すると考える。これらにより、ミニマル・ファブでは、(1)1ロット=1ウエハ=1チップ、(2)装置サイズ30cm幅、(3)ミニマル・マニュファクチャリング技術による地球環境対応と産業力強化の同時実現、という三つの特徴を有する。さらに、並列ファブで大量生産を実現できることも特徴である。これに使用するウエハの直径はーフインチ(12.5mm)である。ーフインチシリコンウエハを用いて、プラズマ加工、加熱炉、化学反応炉、イオン注入、ウエハ洗浄や搬送技術など半導体技術に展開する開発が進められている。

ミニマル構想の長所とは、投資額が極めて小さくすることである⁵⁾。大口径ウ

ウェハを用いる大量生産システムを Fig.1-3 のように示す。ウェハプロセス装置の値段は、200 mm、300 mm と上昇している。(200 mm 用にて一億円だったものが、300 mm 用では数億円に) 450 mm の装置を投入する際には 10 億円程度になると推定される。また、ウェハ製造にかかる費用についても、単位面積当たりのウェハ価格は、150 mm 12.5 円 / cm² → 200 mm 20 円 / cm² → 300 mm 35 円 / cm² と、実はこれまで継続して上昇してきた経緯がある。450 mm では、結晶成長技術の高度化と広範な面積での均一性確保のための様々な高度技術の導入により、面積単価はさらに上昇すると予測されている。

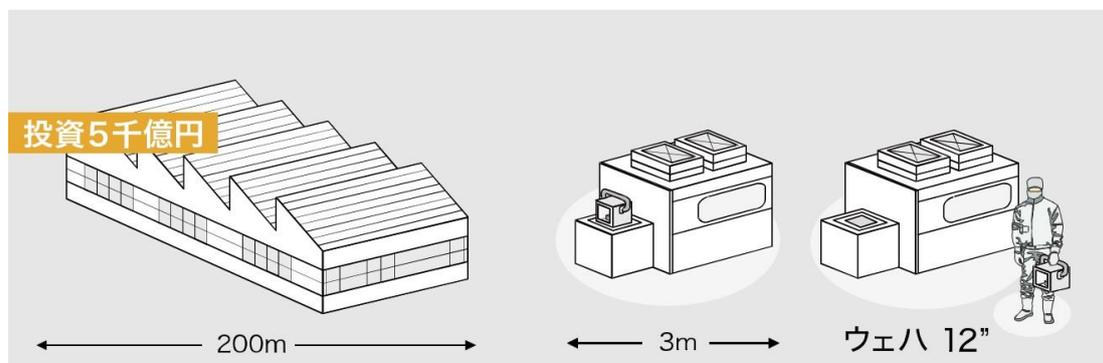


Fig.1-3 大口径ウェハを用いる大量生産システム⁵⁾

一方、ミニマル構想では、将来の変種変量型の理想的な工場においては、デバイス工場とウェハなどの材料工場が一体化したものになる。Fig.1-4 は、ミニマル構想を用いた変種変量生産システムを示す。

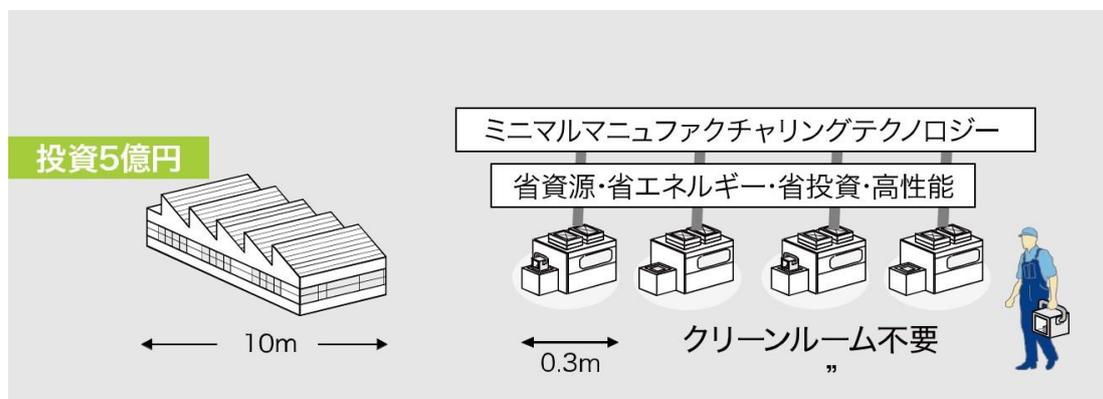


Fig.1-4 小口径を用いて変種変量生産システム⁵⁾

ユーザからデバイスチップの注文を受けてから、結晶成長プロセスを行い、その後、ウエハの製造、デバイス製造と続けて行う。必要な量だけしか作らないので、在庫とウエハ輸送費は原理的にはゼロになる。ウエハの大口径化を進めるにあたっては、結晶成長装置の電源電圧など結晶成長にかかわる諸条件の安定化と製造環境および原料の高純度を進めるための費用が製造コストを押し上げてきた。また、大口径にすればするほど、結晶成長速度を遅くしないと品質を保てないということが、大きなマイナス要因であった。小口径ウエハでは、これらの条件が大幅に緩和されることにより、製造装置コストとエネルギーコストを大幅に削減できる。さらに、小口径ウエハは割れにくいので、取り扱いも楽になるため、ウエハ割れによる仕掛かりウエハの廃棄発生を抑えることができる、同時に、小さな基板は熱応力に耐えるので、極めて素速い熱プロセスにも耐える可能

性が高くなる。このように、ウエハの一枚の値段は多少上昇するが、全体の工場サイズの最適化・輸送費の不要化・プロセス効率化・装置価格の低下・原料消費量や床面積などの低減・在庫ゼロ化により、製造にかかる電力エネルギー費用などの上昇は打ち消し得ると推定され、省資源、省エネルギー、省投資、高性能化が可能となる。

1.6 既往の研究

既往の研究においては、小型円筒対称型シリコンエピタキシャル成長装置を用いた場合の輸送現象と化学反応を数値シミュレーションに基づいて解析し、成長速度を検討⁶⁾した。それにより、サセプタ上のシリコンエピタキシャル膜の成長速度分布と、エピタキシャル膜に混入するホウ素濃度分布に対する、ガス流速、原料ガスの濃度、サセプタ温度、装置内圧力、装置寸法の影響を、数値計算を用いて調べた。さらに、ミニマル・ファブに適した CVD 装置を開発し、集光型赤外線加熱炉を用いてシリコン薄膜成長を試み、その成膜とクリーニングを併せたプロセス全体について提案⁷⁾した。併せてシリコンウエハの温度に影響を与える要因について検討した。様々な成膜条件を試み、トリクロロシランガスを導入することにより生じる温度変化⁸⁾を検討した。そして、ミニマル CVD 装置内の輸送現象を数値計算を用いて計算⁹⁾した。それにより以下のことがわかつ

た。

①流速が小さい場合において、装置内では中央部やウエハ上で対流やゆらぎが発生した。

②ウエハ付近では外周から中心に向かった後に上昇する循環流が発生し、 SiHCl_3 がその流れに沿ってウエハに到達している。

③回転を加えることにより高温領域が狭まり、気相反応による粒子発生が抑制されることが期待される。

その結果により、既存の実験で生じた現象を証明することができ、成膜プロセスを改善することに役に立つ情報が得られた。

1.7 本研究の目的

ミニマル・ファブに適した CVD 装置を開発するために、使用エネルギー、材料ガス、プロセス時間、及び、装置の大きさを最小化にすることを考慮する必要がある。そこで本研究では、素早いプロセスを課題とし、化学反応、熱と流れの移動現象を視点として、ハーフィンチリアクタの設計製作と高速プロセス条件の調査を大きな目的とする。特に、加熱炉特性の把握、加熱プロセス開発、成膜速度の把握と膜厚分布の均一化方法の把握、さらに、成膜資源を最小化する指針の把握を目的とする。プロセス時間を短縮することや電気、水素ガスなどのガス

を節減することにより、エピタキシャルウエハのコスト低減が可能となる。

Fig.1-5 は、各章における成長条件を示し、研究の進め方を紹介する。

Table.1-1 各章において検討した成長条件

	第三章	第四章	第五章	第六章	第七章
ガス流量	多 → 少	少	少	少	少 → 極少
反射鏡	厚	厚 → 薄	薄	薄	薄
冷却ステップ (Step C)	有	有 → 無	無	無	無
基板回転	無	無	有	有	有
SiCサセプタ	無	無	有	有	有
壁面冷却	無	無	無	有	有

第三章では、肉厚型反射鏡を用いて、既存の成長プロセスにおいてガス流量を減少する方法を検討した。第四章では、ガス流量を減少した上で、反射鏡や成長プロセスを改善した。第五章では、肉薄反射鏡を用いて、冷却ステップを省略した成長プロセスにおいて基板回転や SiC サセプタを使用したことにより生じた膜厚分布の効果を考察した。第六章では、膜厚分布を均一した上で、膜表面形態を改善するために、送風装置により生じた効果を考察した。第七章では、以上の研究により、ガス流量を極めて少なくする可能性を考察した。本研究では、一つずつ課題を解決し、成長条件を把握した上で、新たな課題や構想を発見し、また解決して、最適な成長条件を得るまでに進めた。

第二章 集光型加熱炉を用いたハーフインチシリコン CVD 装置

2.1 エピタキシャル成長機構

シリコンエピタキシャル成長は、原料ガスに熱エネルギーを与えて反応を起こさせる過程である。次のような個々の過程から成り立っている。すなわち、

- (1) 反応ガスが基板表面に到達し、そこに吸着される
- (2) 基板表面における化学反応過程
- (3) 基板表面に吸着された物質や化学反応の生成物が表面の上に拡散する過程
- (4) 基板表面から反応生成物が脱離する過程などである。

それらのうち、最も遅い過程がエピタキシャル膜の堆積(成長)速度を決定する。

Si エピタキシャル成長速度は、反応温度、成膜化学種の濃度、キャリアガスの流量などによって決定される。成長速度の温度依存性を、Fig.2-1 に示す。縦軸に成長速度を、横軸に基板温度の逆数 ($1/T$) をとってある。低温領域では、成長速度の温度依存性が大きい。表面反応の速度が遅いことから、表面反応律速領域 (kinematically-controlled region) である。温度が低い ($1/T$ が大) と成長速度は温度 T の増大と共に顕著に増大する。反応律速領域では成長速度 G と温度 T の関係は次の式により表される。

$$G = A \exp(-E/kT) \quad (2-1)$$

ここでは、 A は定数、 E は活性化エネルギー、 k はボルツマン定数である。

温度が高く ($1/T$ が小) になると成長速度と温度の依存性が小さくなるが、これは、気相中の物質移動が律速段階となるためであり、物質輸送律速領域 (Transport controlled region) と呼ばれている。この領域において、原料ガスが十分に供給されているか否かが成長速度を決定する。原料ガスの供給量を大きくすると成長速度が大きくなり、原料ガスの供給量が小さいと成長速度も小さくなる。

さらに高温になると均一気相核形成に伴う気相濃度の減少によって成長速度が低下する。気相内で反応が起こって生成物が生じるため、基板表面の堆積速度が小さくなる。さらに、反応生成物が反応容器の内壁に付着し、これが粉末となって基板の上に落ちるために、エピタキシャル膜の表面に欠陥が発生したり、白濁する原因となる。均一な膜厚を得るためには、原料ガスの流量の制御や原料ガスが均一に基板の上に到達することが必要であり、また堆積温度の制御も大切である。

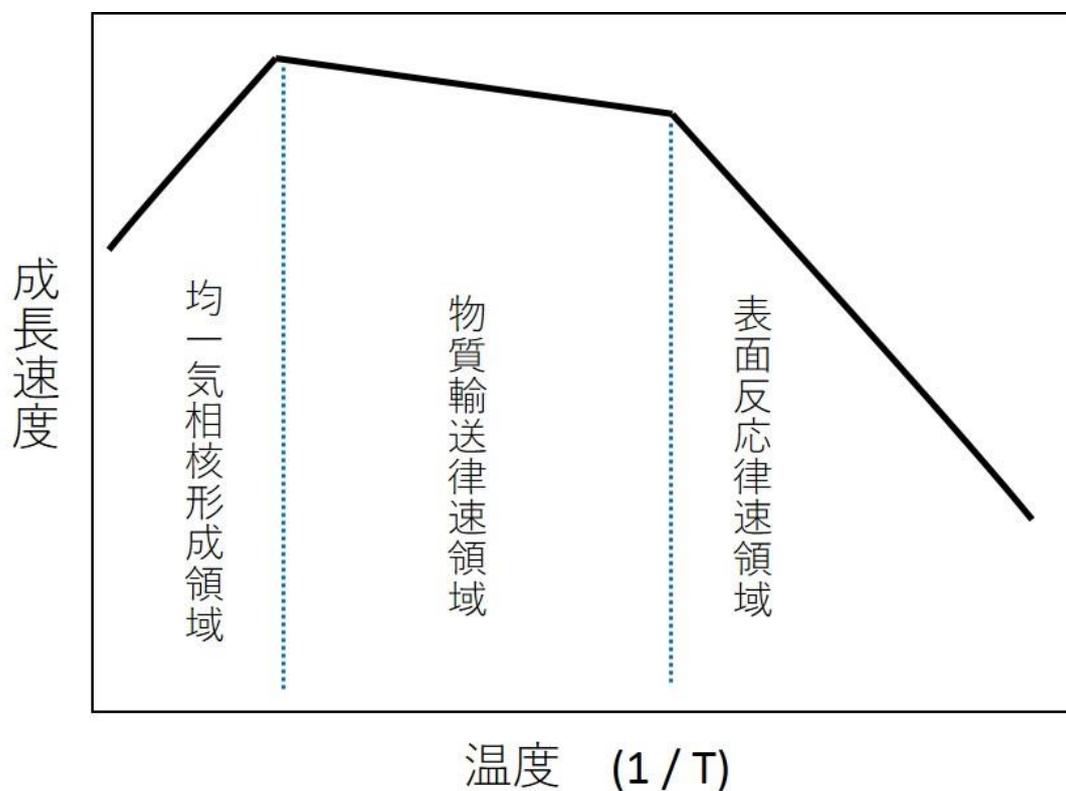


Fig.2-1 成長速度の温度依存性

例として SiCl_4 の水素還元法における反応温度と成長速度の関係¹⁰⁾を Fig.2-2 に示す。約 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 以下の低温領域では、基板の表面における反応が成長速度を決定する。反応律速領域であり、成長速度の対数は、ほぼ $1/T$ に比例して増加する。 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 以上の温度では、物質輸送律速領域であり、表面反応ではなく、表面に反応物質が到達する速度によってエピタキシャルの成長速度が決まる。一般に Si エピタキシャル層の成長速度は、 $0.5\sim 5\ \mu\text{m}/\text{min}$ の範囲である。

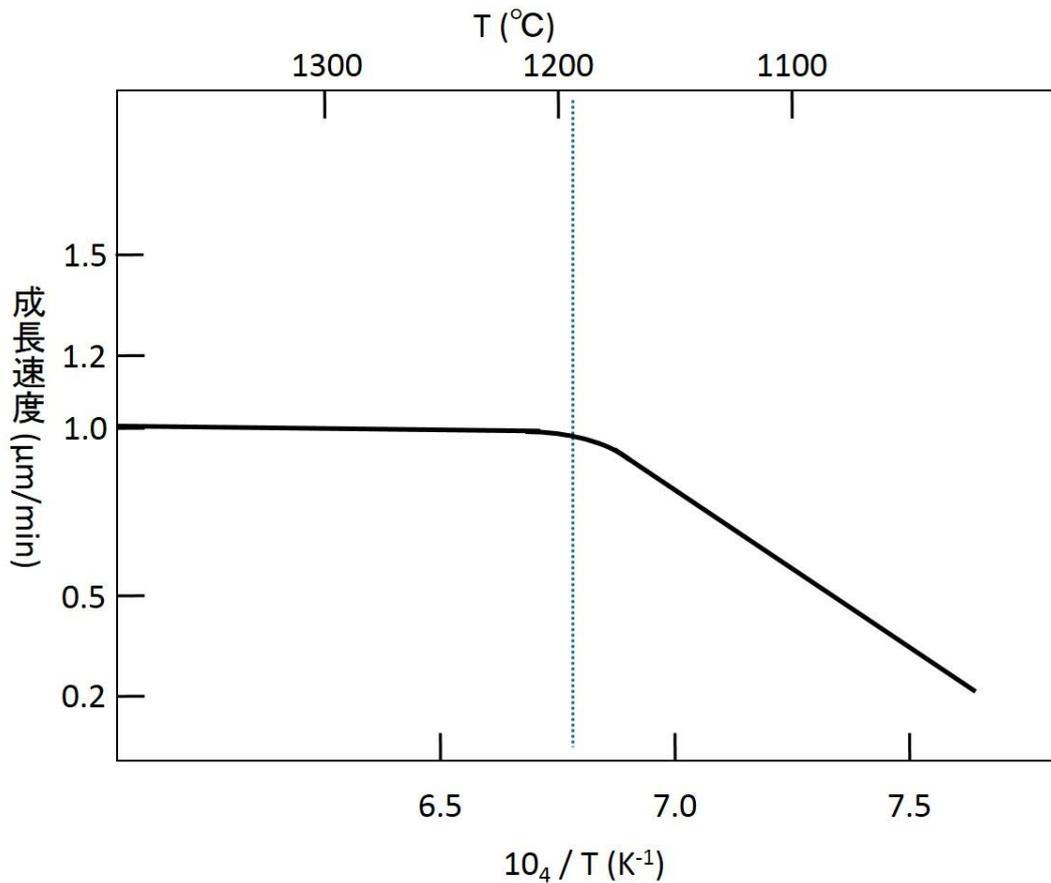


Fig.2-2 SiCl₄の水素還元法における反応温度と成長速度の関係

集積回路用として使用される Si エピタキシャル層は、ウエハの厚さの均一性が特に要求される。エピタキシャル層の厚さの均一性は、基板を加熱する際の均一性や反応ガスと成長表面の向き、相対的な大きさに依存する。反応ガスとエピタキシャル層との相対的な関係を、Fig.2-3 に示す。Fig.2-3(a)は、反応ガスが細い流れとなって基板に垂直に吹きつける場合が示されている。ガス流れが細いため、シリコンウエハの周辺までに十分吹き付けられないため、エピタキシャル層

の厚さの分布は凸面状になる。Fig.2-3(b)に示すように、反応ガスが太い流れとなって基板に垂直に吹きつける場合には、中心部の温度が低下するため、エピタキシャル層の厚さの分布は凹面状になる。基板の表面とガス流れの方向が平行である場合を、Fig.2-3(c)に示す。この場合には、ガス流れの方向に厚さの不均一性が生じることがある。

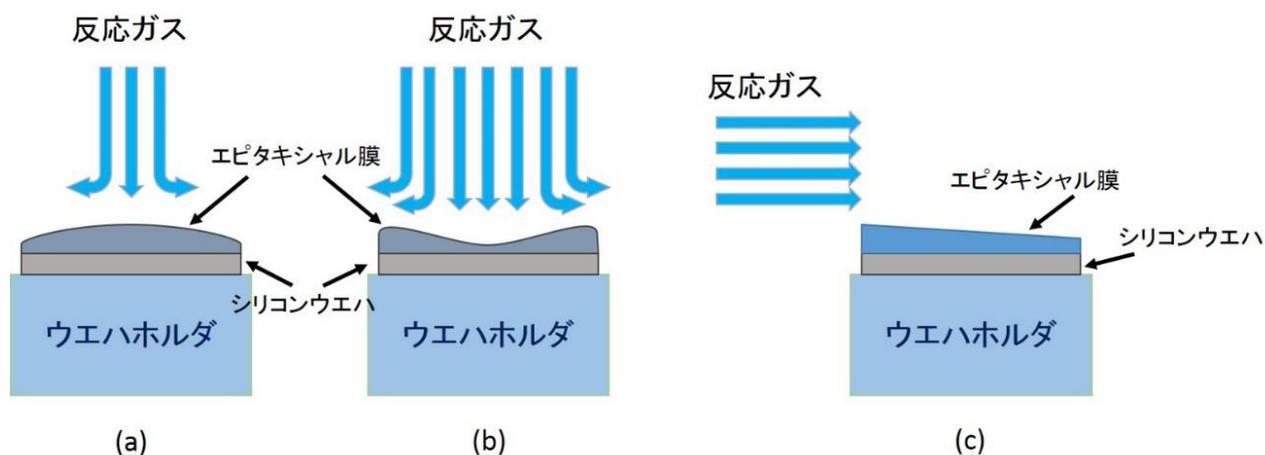
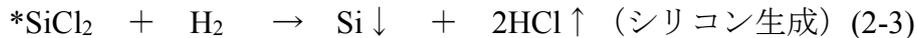


Fig.2-3 反応ガス流れの方向とエピタキシャル層関係

- (a) 反応ガスが基板に垂直にする場合(細い流れ)
- (b) 反応ガスが基板に垂直にする場合(太い流れ)
- (c) 反応ガスが基板に平行にする場合(太い流れ)

2.2 表面化学反応

ここでは、半導体用の材料として主に用いられているシリコンエピタキシャルウエハを形成するための化学反応を説明する。シリコンエピタキシャル膜をCVD法により形成する際には、原料ガスとしてトリクロロシラン SiHCl_3 (Trichlorosilane、以下 TCS) と水素が広く用いられている、これらを用いた場合にシリコン基板表面において生じる化学反応式¹⁾を以下に示す。



* : 表面に化学吸着した状態

基板表面において (2-1) 式に示す化学反応が生じ、トリクロロシラン TCS と水素からシリコンが堆積し、塩化水素が発生する。(2-1) 式の素反応が (2-2) 式と (2-3) 式である。この時、TCS が化学吸着して生成する中間体 (*SiCl₂) は、塩素原子を気相側に向けていると考えられる。そこで、(2-3) 式に示す通り塩素原子が取り除かれるまで中間体の上には TCS 分子は化学吸着しないと仮定する。これを基に、表面化学反応速度式は次の通りに表される。

$$V_r = \frac{k_r k_{ad}}{k_{ad}[\text{SiHCl}_3] + k_r[\text{H}_2]} [\text{SiHCl}_3][\text{H}_2] \quad (2-4)$$

$$k_{ad}[\text{SiHCl}_3] \gg k_r[\text{H}_2] \text{ の場合} \quad V_r = k_r[\text{H}_2] \quad (2-5)$$

$$k_{\text{ad}}[\text{SiHCl}_3] \ll k_r[\text{H}_2] \text{ の場合} \quad V_r = k_{\text{ad}}[\text{SiHCl}_3] \quad (2-6)$$

ここで k_r はシリコン生成の速度定数 (m/s)、 k_{ad} は化学吸着の速度定数 (m/s)、 V_r はシリコン薄膜の成長速度 (mol/(m²s))、 $[\text{SiHCl}_3]$ と $[\text{H}_2]$ はシリコン表面における SiHCl_3 ガスと H_2 ガスの濃度である。

$[\text{SiHCl}_3]$ を増大させ、 $k_{\text{ad}}[\text{SiHCl}_3] \gg k_r[\text{H}_2]$ の状態である場合、式 (2-5) に示すように成長速度は $V_r = k_r[\text{H}_2]$ で表わされる。以上より、TCS 濃度が極めて大きい時には水素濃度の増減がシリコン薄膜の成長速度に影響を与えることが推測される。

2.3 実験装置

薄膜形成装置は、半導体製造装置の中でも最も広範囲に用いられており、多くの原理および方式が適用されている。大別すれば化学気相堆積(CVD)装置、物理気相堆積(PVD)装置、塗布によるコーティング装置に区分される。CVD 装置は、熱 CVD 装置とプラズマ CVD 装置に区分される。

熱 CVD では、熱エネルギーにより適当な温度に加熱された基板表面あるいは気相中で、原料ガスを熱分解し、分解生成物や化学反応によって、薄膜を形成するものである。熱 CVD の長所としては、原料ガスや反応条件の設定により、高純度の薄膜が形成でき、カバレッジがよく、装置構成が簡易で、プラズマを用い

ないため高速粒子による損傷がなく、条件により選択成長が可能であることなどが挙げられる。さらに、成膜時の圧力により、圧力が大気圧の常圧 CVD (atmospheric pressure CVD: APCVD) と、100 Pa (数 Torr) 程度の減圧 CVD (low pressure CVD: LPCVD) とに大別される。熱 CVD 装置の構造は、簡易な構造の横型 CVD 装置から、均熱化、応答速度、ガス流の制御などで長所がある縦型 CVD 装置など広く用いられるようになった。加熱の方法には、抵抗加熱 (ヒータ)、ランプ加熱、高周波加熱がある。

本研究では、高速昇降温が可能であり、集光型加熱炉を用いた縦型熱 CVD 装置を使用した。実験装置の概略を Fig.2-4 に示す。

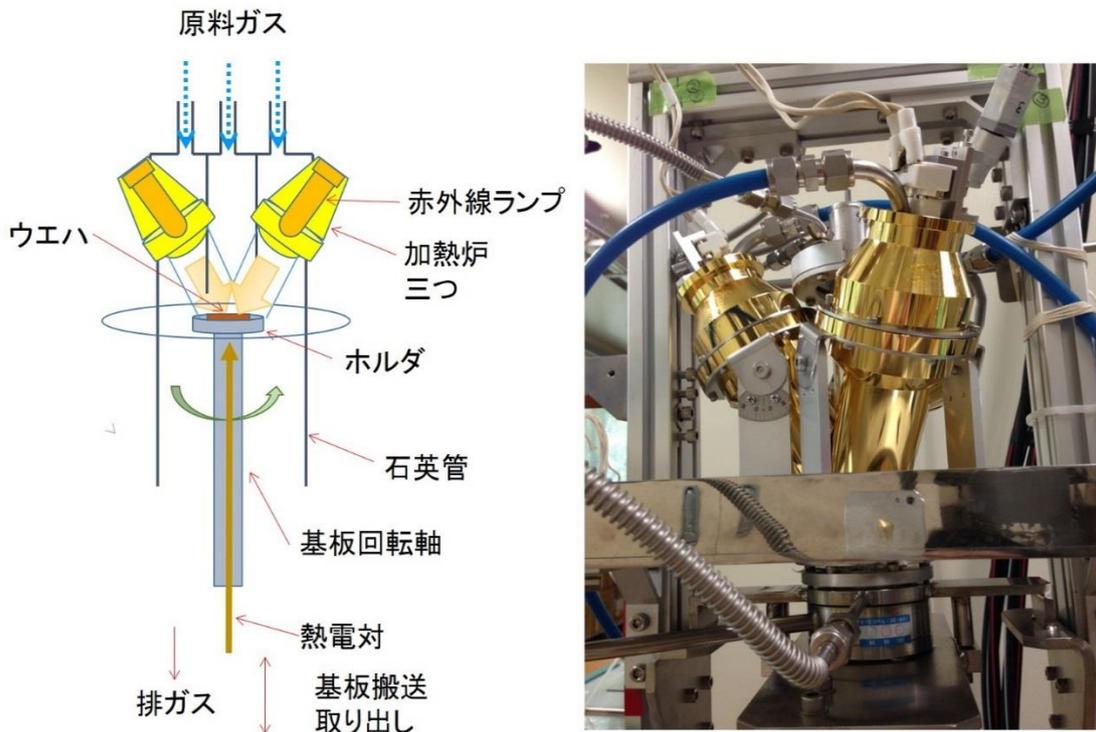


Fig.2-4 実験装置概略図と写真

実験装置の主要な構成要素は、ガス流量計、温度制御装置、反応容器、加熱装置および排気装置である。反応容器は透明石英管である。円筒形の容器を縦に設置することにより床面積を最小化し、その内部に基板支持台を設けて基板を設置する。この基板支持台の外径と反応容器の内径の差は小さく、全ての反応性ガスが基板の近くを必ず通過する構造である。基板支持台は、自転すると共に上下する。

反応性ガスは、室温で上側のノズルから供給される。ノズルは内側と外側の2領域に分割され、内側のノズルから反応性ガスが基板に直接に供給される。

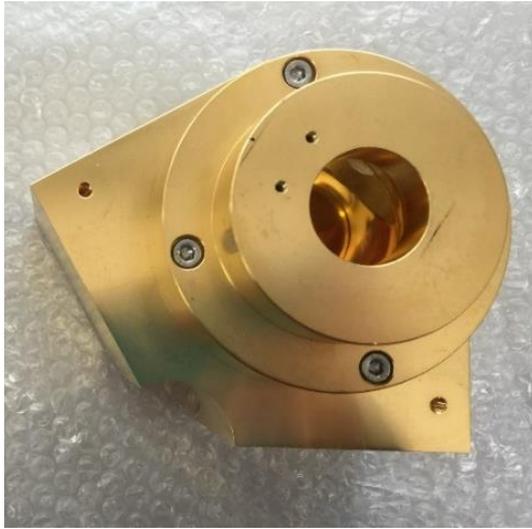
これにより、反応性ガスの利用効率が向上する。

反応容器の外側から赤外線を集光して照射する反射鏡により、熱が基板に与えられる。集光された赤外線は基板のみを照射し、反応性ガスを供給するノズルを加熱しないため、反応性ガスは未反応のまま極めて効率的にシリコン基板表面に届き、そこで化学反応して、エピタキシャル成長プロセスが行われる。

反応容器内の圧力は1気圧とした。反応器内の温度は、シリコン基板支持台(石英ガラス、肉厚約3mm)の裏側に設けたR型熱電対により測定した。

2.4 集光型加熱炉

本研究において集光型加熱炉には、肉厚型と肉薄型の二種類の反射鏡を用いた。二種類の反射鏡の写真をそれぞれ Fig.2-5 (a) 、 Fig.2-5 (b) に示す。集光型加熱炉では、反射鏡の内部に1000 Wの赤外線ランプを挿入し、それを3組用いて、反応容器の周囲に囲むように配置した。それぞれから発する光をシリコン基板に集中させることにより、高速昇降温ができる。



(a)肉厚型



(b)肉薄型

Fig.2-5 二種類反射鏡

本研究では、二種類の反射鏡の構造を比較し、それによりシリコンエピタキシャル成長工程に生じる効果も検討したので、その詳細を第四章に述べる。

2.5 基板回転装置

膜厚分布を均一化するために、成膜速度を平均する方法として、基板回転装置を設けた。Fig.2-4 に示すように、ウエハホルダの下に基板回転軸を使用した。回転速度は 4 rpm に設定した。それにより、膜厚分布を均一化することが可能になった。その詳細を第五章に述べる。

2.6 シリコン基板の温度調整

完全黒体においては、次の式に示すステファン・ボルツマンの法則が成り立つ。

$$E_b = \sigma T^4 \quad (2-7)$$

E_b は熱放射エネルギー (W/m^2)、 T は絶対温度 (K)、 σ はステファン・ボルツマン定数 $5.67 \times 10^{-8} \text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$ である。一般には実在物質の熱放射エネルギー (W/m^2) は黒体よりも小さいので、放射率 $\epsilon(-)$ を用いて次のように表される。

$$E = \epsilon E_b = \epsilon \sigma T^4 \quad (2-8)$$

この放射率は光の吸収率に等しく、黒度とも呼ばれる。

ランプ電力は、以下の式で表される。

$$W = VI = \frac{V^2}{R} \quad (2-9)$$

ランプの熱放射エネルギー (W/m^2) はランプに与える電力に比例すると仮定し、抵抗は一定値であると仮定すると、ランプに与える電力と電圧には次の関係が成り立つ。

$$E \propto W \propto V^2 \quad (2-10)$$

このことより、次の式が成り立つ。

$$T \propto V^{\frac{1}{2}} \quad (2-11)$$

この関係から、ランプに与える電圧を用いてシリコン基板温度を調整できることがわかる。

2.7 エピタキシャル成長プロセス

集光型赤外線加熱炉を用いたシリコンエピタキシャル成長プロセス開発を行う。Fig.2-6 は、エピタキシャル成長プロセスを表した図である。

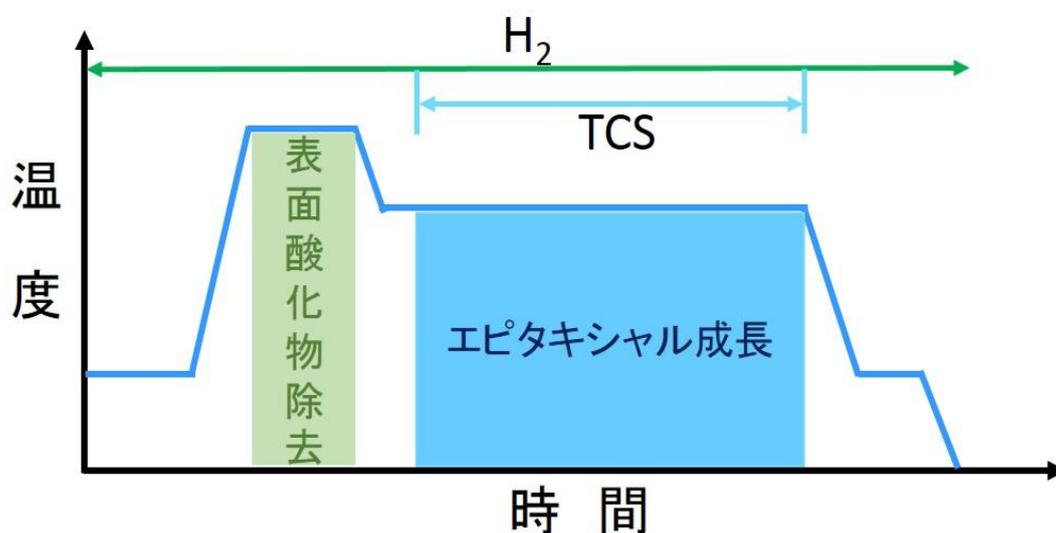


Fig.2-6 シリコンエピタキシャル成長プロセス

基板を支持台に設置後、赤外線ランプを点灯して昇温し、水素雰囲気中で基板表面の酸化物を還元して除去する。その後、トリクロロシランガスを供給する。一定時間成膜後にトリクロロシランガスを停止し、赤外線ランプの電圧を下げて基板を降温する。ここにおいて、集光型加熱炉の利点として、昇温と降温が速いことが活かされる。

エピタキシャル成長を行うことにより、シリコン基板だけでなく、基板支持台や石英管の内壁にもシリコン膜が堆積する場合がある。この膜からシリコン微粒子が発生して、シリコン基板表面に付着すると突起などの不良の発生原因となるため、取り除く必要がある。この過程をクリーニングと呼ぶ。クリーニングにおいては基板を取り出して反応器内を窒素雰囲気置換し、その後に三フッ化塩素を導入する。温度を調整する必要がないため、室温でクリーニングも素早く実施できる。実験条件やプロセスを最適化したことにより、クリーニングプロセスが不要になることも可能である。

2.8 成膜条件

本研究における典型的な成膜条件は、次の通りである。

キャリアガス	水素 (0~200 sccm)
成膜ガス	トリクロロシラン (TCS) (9~21 sccm) (TCS 容器にバブリングのために供給する水素:15~35 sccm)
クリーニングガス	三フッ化塩素 (5% : 窒素 1000 sccm 時、三フッ化塩素 50 sccm)
圧力	1 気圧
ランプ電圧	55 V~70 V

成膜時間

1-8 分連続

重さの測定方法：分析天秤でシリコンウエハ成膜前と成膜後の重量を測り、その差を求める。

厚さの測定方法：基板エピタキシャル成長前後、マイクロメーターでウエハの中心から横方向と縦方向それぞれ 9 点の厚さを測る。その測定位置を示す図が Fig.2-7 である。

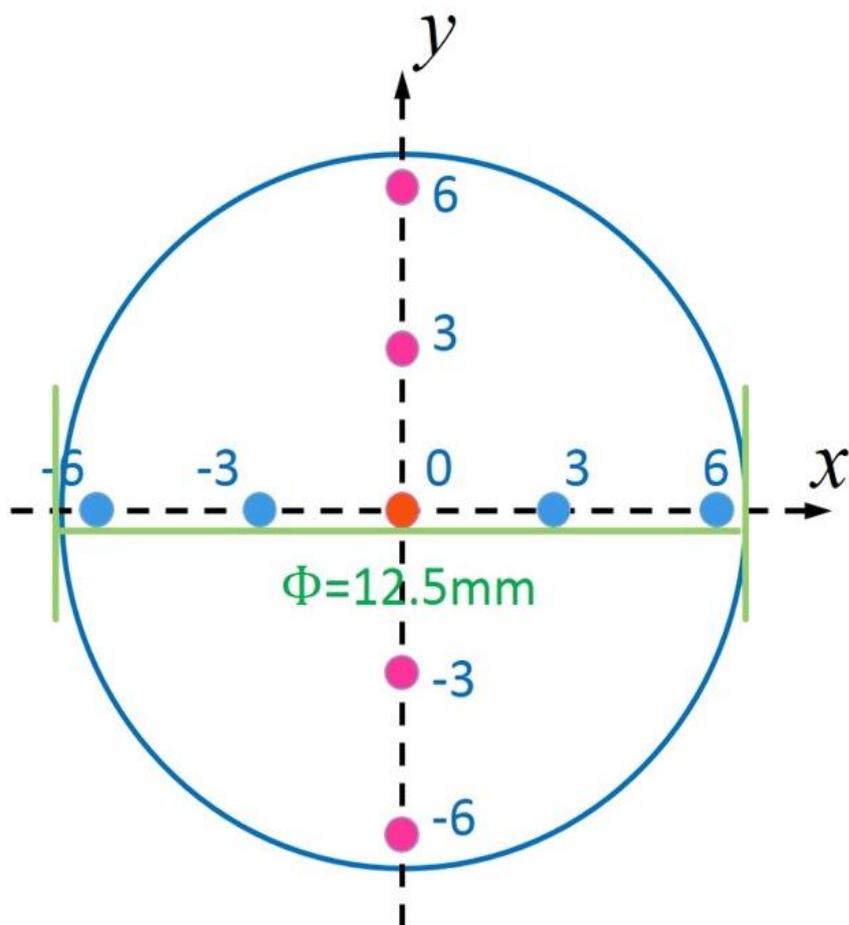


Fig.2-7 シリコンウエハ厚さの測定点

第三章 総ガス流量の効果

原料消費量や電力エネルギー消費を抑えるために、総ガス流量がシリコンエピタキシャル成長に与える効果について考察した。

3.1 集光型加熱炉における熱平衡

集光型加熱炉において基板を加熱する際の熱環境¹²⁾を示した図が Fig.3-1 である。ハーフインチシリコンウエハにおける熱収支に関わる主な熱移動は、以下の通りである。

Q_{IR} : 赤外線ランプからハーフインチ基板に供給される放射熱

Q_{Em} : ハーフインチ基板から環境に放出される放射熱

Q_{Flow} : ガス流れによる熱損失

ハロゲンランプからの赤外光を集光させることにより効率よく熱が基板に届くこととなり、 Q_{IR} が大きくなる。同時に、ガスノズルの温度を低温に保てるために、意図しない気相反応を抑制できる。従って、ガスノズルを基板に近接させることが可能になり、その効果、すなわち、 Q_{Flow} を効率的に調整できるようになることが期待される。

ここで基板が置かれる位置が反射鏡の外である点に着目すると、その周囲全体に基板からの放射熱を遮る、或いは、反射する構造が無いために形態係数 (view factor) が大きく、基板から周囲に放出される放射熱、 Q_{Em} 、は大きくなる。

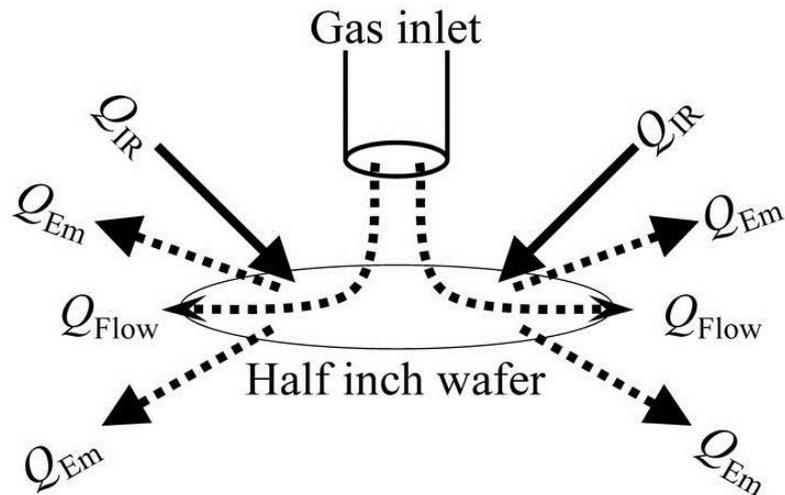


Fig.3-1 集光型加熱炉における熱平衡

以上により、赤外線ランプからの効率的熱輸送により昇温が速くなると共に、基板からの放熱が効率的になるために降温も速くなる。ここに、ガス流れの効果が大きく関わることから、ガス流量を効率化することにより加熱効率を大幅に改善することが期待される。

3.2 総ガス流量を減少することにより生じる温度変化

集光型加熱炉において基板を加熱する際の熱平衡に対して、ガス流れの効果がシリコンウエハ表面の温度に大きな影響を与えると期待された。すなわち、総ガス流量を減少させた場合には、シリコンウエハ表面におけるガス流れによる

熱損失の影響も低下して、表面温度が上昇すると推定された。

総ガス流量（トリクロロシランガスや水素ガス）を減少することにより生じた温度変化を Fig.3-2 に示す。

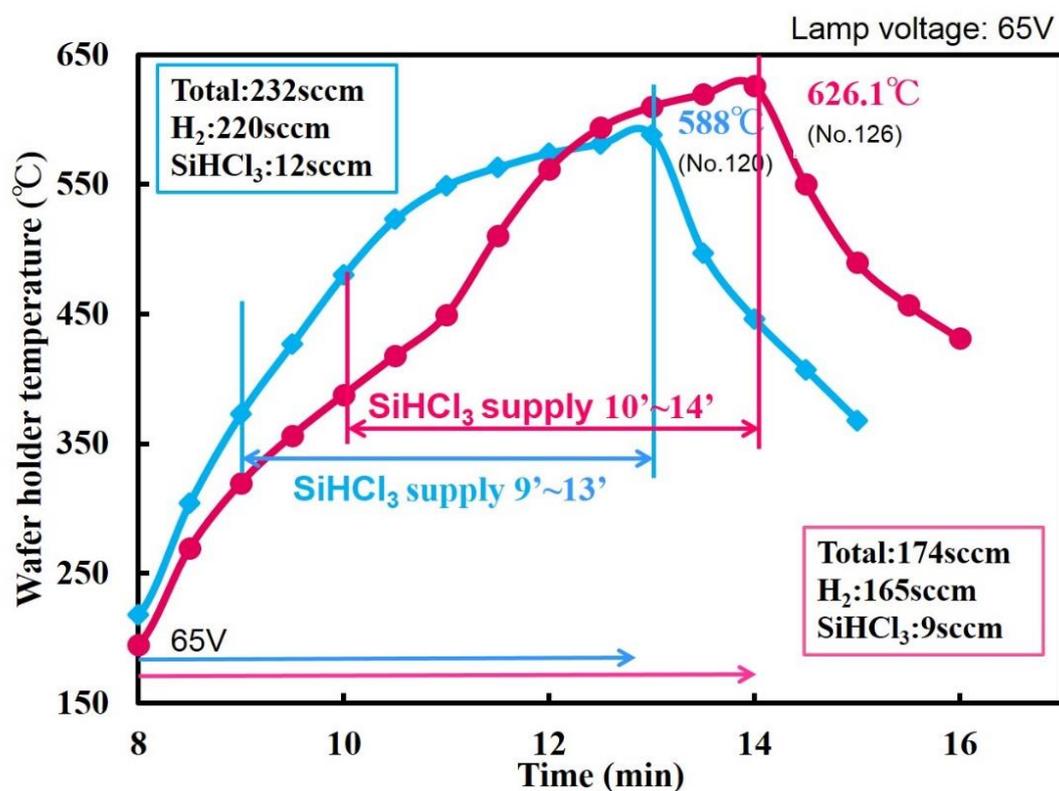


Fig.3-2 総ガス流量を減少することにより生じた温度変化

青四角はトリクロロシランガスを 12 sccm とし、水素ガスが 220 sccm (総ガス流量が 232 sccm) であった場合のシリコン基板下側の測定温度を示す。この時、ランプ加熱電圧は 65 V であった。測定温度が 8 分から上昇した。9 分から 13 分まで 4 分間トリクロロシランガスを提供し、シリコンエピタキシャル成長を行

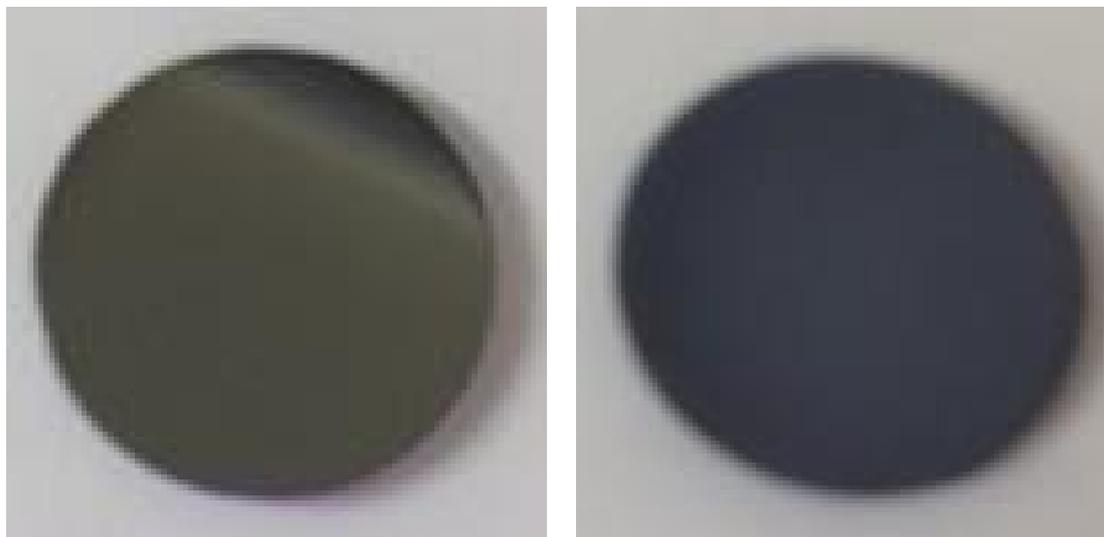
った。成膜が終わった時、測定温度が 588 °C に達していた。赤丸はトリクロロシランガスを 9 sccm とし、水素ガスが 165 sccm (総ガス流量が 174 sccm) であった場合のシリコン基板下側の測定温度を示す。10 分から 14 分までトリクロロシランガスを提供し、シリコンエピタキシャル成長を行った。トリクロロシランガスを提供してから後の温度上昇は、総ガス流量が多い場合より速いことが示されている。成膜が終わった時、測定温度が 626 °C に達していた。総ガス流量を 3/4 に減少させることにより、基板支持台下側の測定温度が約 40 °C 程度上昇したことがわかった。

Fig.3-2 において、トリクロロシランガスを供給してから、反応器内の温度が上昇すること¹³⁾が把握された。

これには、トリクロロシランによる光吸収が寄与している可能性が考えられる。最も可視光に近いトリクロロシランの光吸収帯¹⁴⁾が約 2.2 ミクロンである。近赤外線ハロゲンヒータの発光ピーク¹⁵⁾が約 1.2 ミクロンであり、2.2 μm にも強い発光をしていることが分かる。また、5 μm (2000cm^{-1}) までの間に大きな吸収率を有していることが分かる。この光吸収により気相の温度が上昇し、基板の温度が上昇したものと考えられる。

水素ガス流量を 220 sccm から 165 sccm に減少させ、TCS ガス流量を 12 sccm から 9 sccm に減少させ、ランプ加熱電圧を 65 V にした場合の成膜表面の形態を

Figs.3-3 (a), (b) に示す。



(a) 総ガス流量 232 sccm

(b) 総ガス流量 174 sccm

(鏡面)

(灰色)

Fig.3-3 ランプ加熱電圧を 65 V にした場合の膜表面の形態

得られた膜の表面の様子を比較すると、水素流量を 220 sccm、TCS 流量を 12 sccm にした場合には、Fig.3-3 (a) に示すように、基板表面が鏡面であった。流量を 3/4 に減少した場合には、Fig.3-3 (b) に示すように、基板表面全体に灰色であった。この原因は、流量の減少により基板表面の温度が上昇し、その付近の気相の温度も上昇したことに起因すると考えられた。

成長温度が低くなると Si 原子の表面移動度が低下して、基板表面上の多くの

点に結晶核が生じる。一方、高温においては、核が気相中で発生し、粒子が生成する。その結果、気相中に多数発生した Si の微粒子が Si 基板上に降積もって灰色になったと考えられる。この結果から、総ガス流量を減少することにより、反応器内温度が上昇したことが把握された。

3.3 シリコンウエハの温度とランプ加熱電圧の関係

成膜時の基板の温度を正確に測定することは困難であるが、1000 °C程度以下において原料ガスが十分に与えられている場合には、成膜速度は基板温度により一意に決められる¹¹⁾。成膜速度と温度の関係を Fig.3-4 に示す。

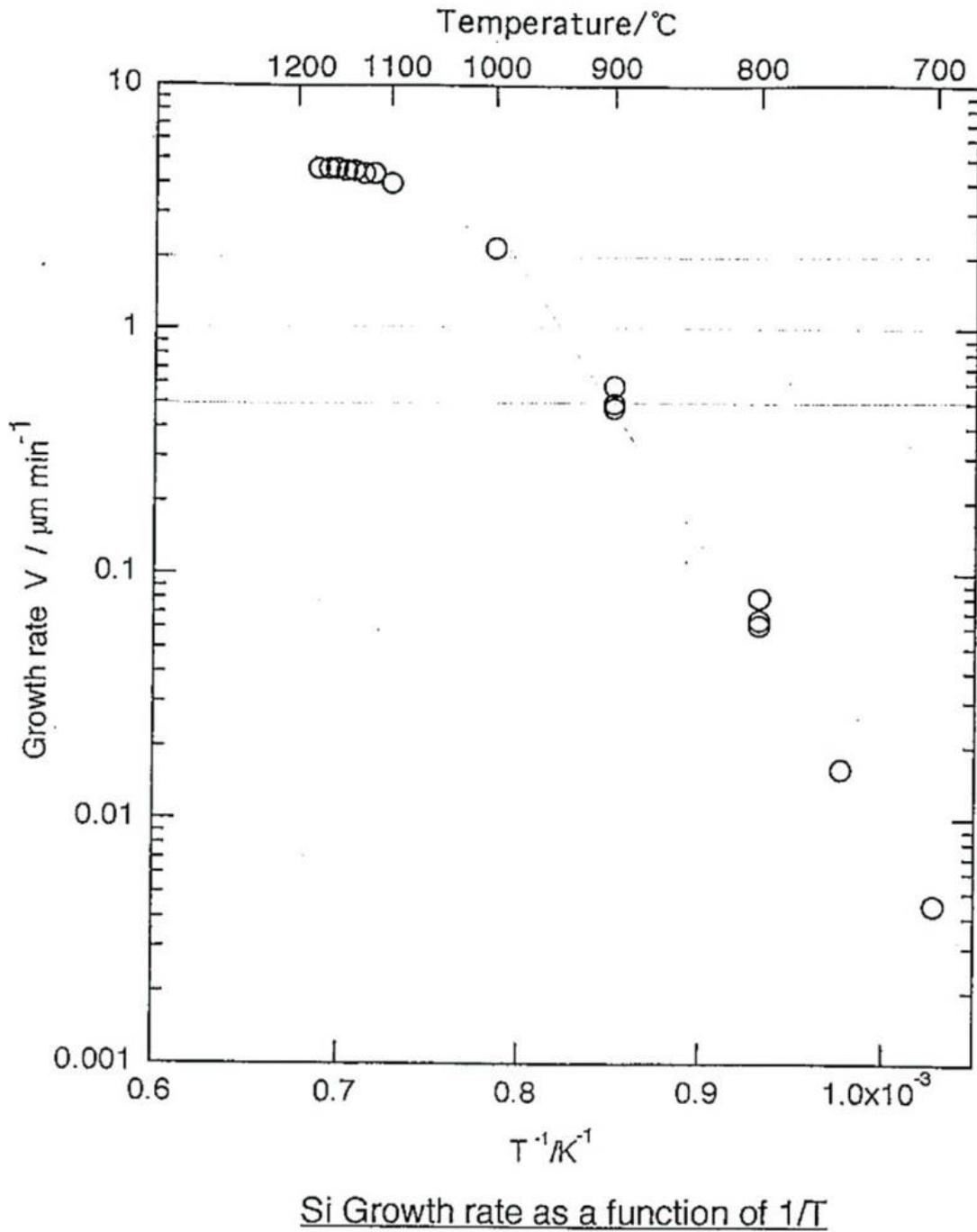


Fig.3-4 成膜速度と温度の関係

横軸は温度 (°C)、縦軸は成膜速度 (μm/min) である。(2-5) 式により、 $k_{ad}[\text{SiHCl}_3] \gg k_r[\text{H}_2]$ の場合、 H_2 を一定の圧力 (1 気圧) にすれば、成長速度は温

度だけにより決定される。測定温度が約 900 °Cの時、成膜速度は 0.5 μm/min、測定温度が約 950 °Cの時、成膜速度は 1.0 μm/min である。

したがって、ーフインチシリコンウエハの温度 T_w は、シリコンエピタキシャル成長速度によって得ることができる。

トリクロロシランガス濃度が 1%より高く、シリコンウエハ表面温度が 1000 °Cより低い場合においてエピタキシャル膜を形成する際に、シリコンエピタキシャル成長速度は、化学反応の速度によって支配され、ウエハ温度 T_w の関数として表される。

$$\text{Growth rate } (\mu\text{m}/\text{min}) = 1.95 \times 10^9 e^{(-26100/T_w)} (T_w < 1000^\circ\text{C}). \quad (3-1)$$

シリコンウエハホルダ下側の測定温度が 650 °Cである場合、エピタキシャル膜の成長速度が 1.2 μm/min となり、これにより推定されるシリコンウエハの実際の温度は約 960 °Cであった。

これを利用して基板温度を推定した。その結果、Fig.3-5 のように示された。熱電対によるシリコンウエハホルダ下側の測定温度が 620 °Cであった場合において、シリコンウエハ表面の実際の温度が約 980 °Cと推定され、測定温度が 670 °Cであった場合においては、実際の温度が約 1090 °Cと推定された。

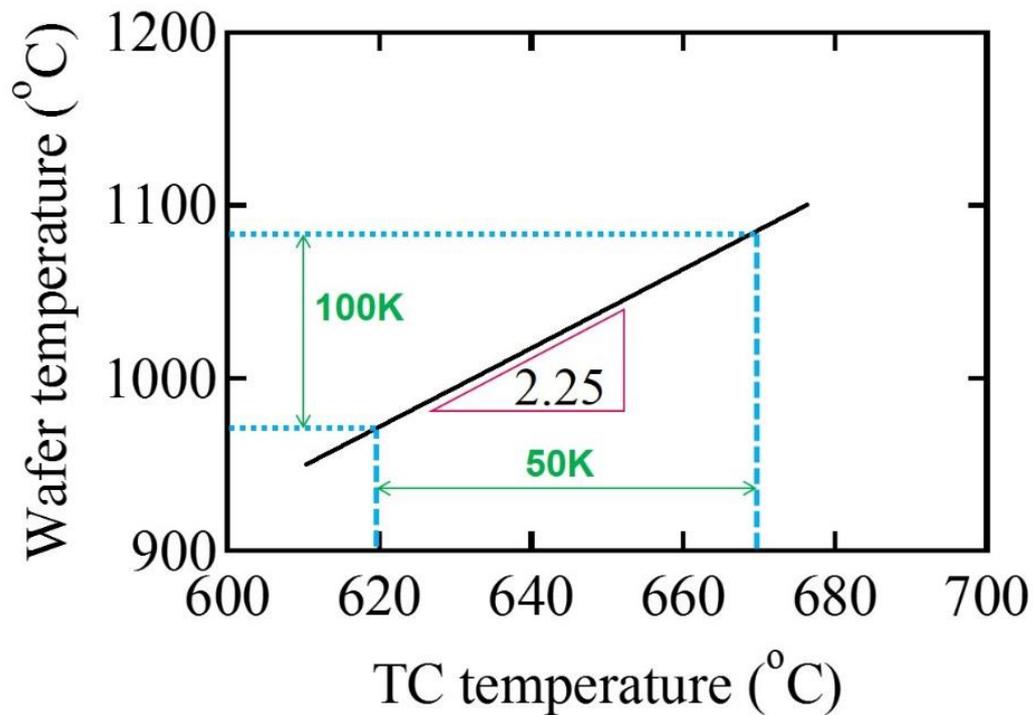


Fig.3-5 熱電対による基板支持台下側の測定温度
とシリコンウエハ温度の関係

同時に、その際に与えた諸条件の影響を考察した。

ハーフインチウエハの温度に影響を及ぼす要因としては、

赤外線ランプの加熱電圧, V (V),

総ガス流量, F_{TotalGas} (sccm)

トリクロロシランガス濃度, C_{TCS} (%) .

が考えられる。複数の成膜の結果を用いて、これらの関係を多変数の最小二乗法により求めた結果が次の通りである。

$$T_{\text{wafer}} (\text{°C}) = 90\sqrt{V(\text{V})} - 0.13F_{\text{TotalGas}} (\text{sccm}) - 4.3C_{\text{TCS}} (\%) + 310 (\text{°C}) \quad (3-2)$$

このように、基板の温度 T_{Wafer} は電圧の二乗根により上昇し、総流量 F_{TotalGas} とトリクロロシラン濃度 C_{TCS} により低下することが把握された。例えば、総流量を 10 sccm 増やすことにより、基板温度は 1 °C 下がることが分かる。トリクロロシラン濃度 C_{TCS} については、僅かに温度を低下させる影響が現われているが、これについては別途考察する。

この関係から加熱条件を設計すると、Fig.3-6 のように、総ガス流量を下げることにより基板温度は著しく増大する傾向が示されている。

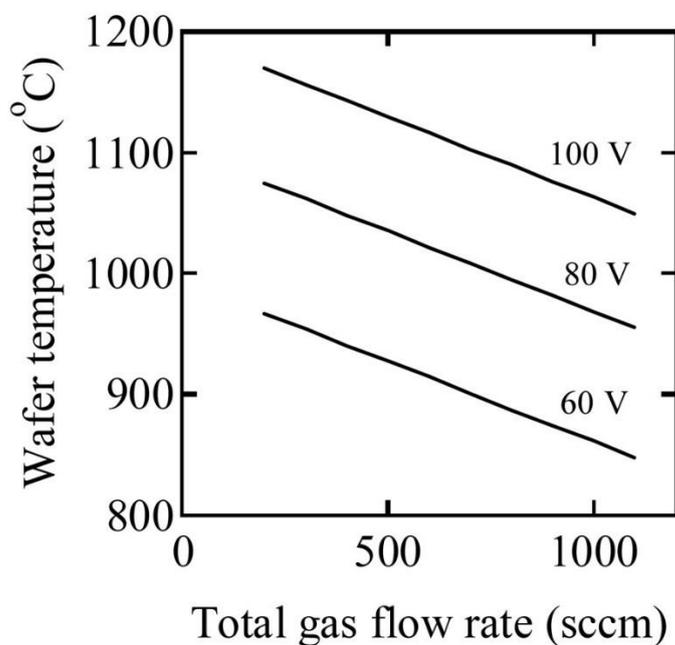


Fig.3-6 総ガス流量とランプ加熱電圧の関係

研究開始当初、総ガス流量を約 1000 sccm としていたために、基板温度を 1000 °C 付近に上げるために 100 V 以上の電圧を必要としたが、約 200 sccm 程度とすることにより、55~65 V の範囲で成膜を実施できる状態に緩和された。成膜時の様子を観察していると、総ガス流量 200 sccm において電圧 70 V 時にトリクロロシランを供給すると気相反応によりシリコン粒子が生成されて白煙を生じていることが把握されるため、Fig.3-6 に示されている関係は、概ね、実際に一致しているものと推定される。

3.4 総ガス流量を減少することにより生じる成膜速度変化

総ガス流量 (トリクロロシランガスや水素ガス) を減少することにより生じた成膜速度の変化は Fig.3-7 によように示された。

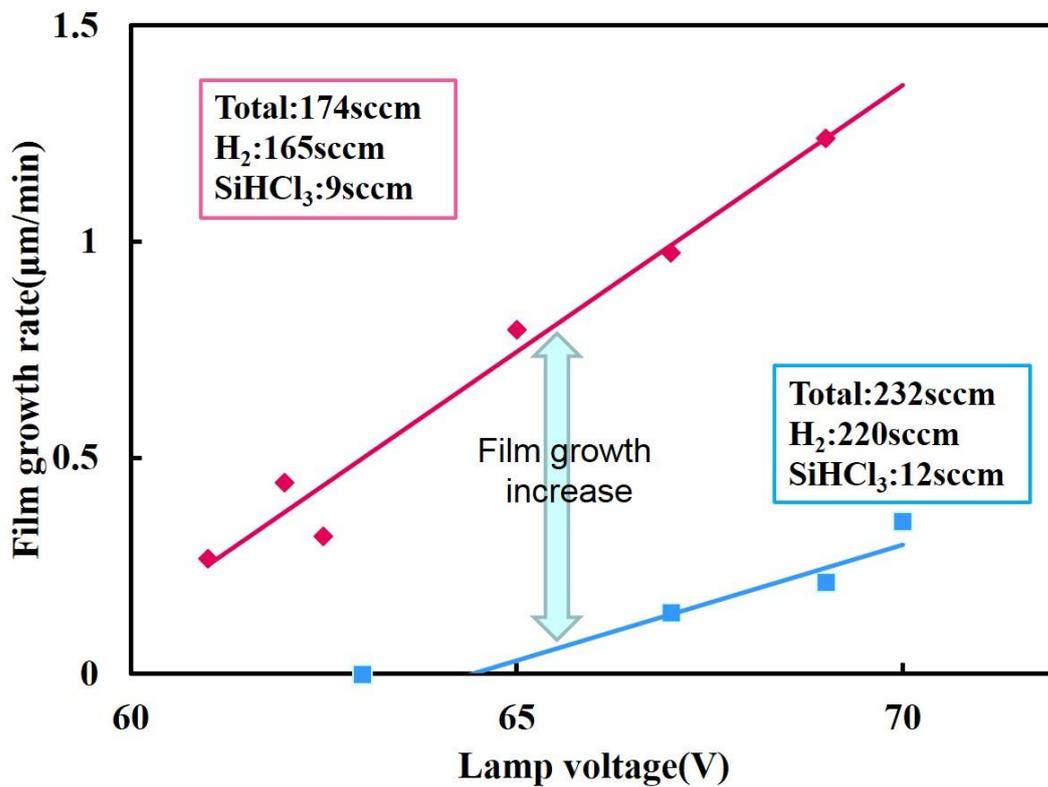


Fig.3-7 総ガス流量を減少することにより生じた成膜速度の変化

青四角はトリクロロシランガスを 12 sccm とし、水素ガスが 220 sccm (総ガス流量が 232 sccm) であった場合の成膜速度を示す。赤四角はトリクロロシランガスを 9 sccm とし、水素ガスが 165 sccm (総ガス流量が 174 sccm) であった場合の成膜速度を示す。成膜速度はこれに対応して最大で毎分約 1 μ m 程度上昇することが把握された。

3.5 温度調整と成膜表面の様子

基板温度、得られた膜表面と装置石英管内壁の堆積の様子を Fig.3-8 に

示された。

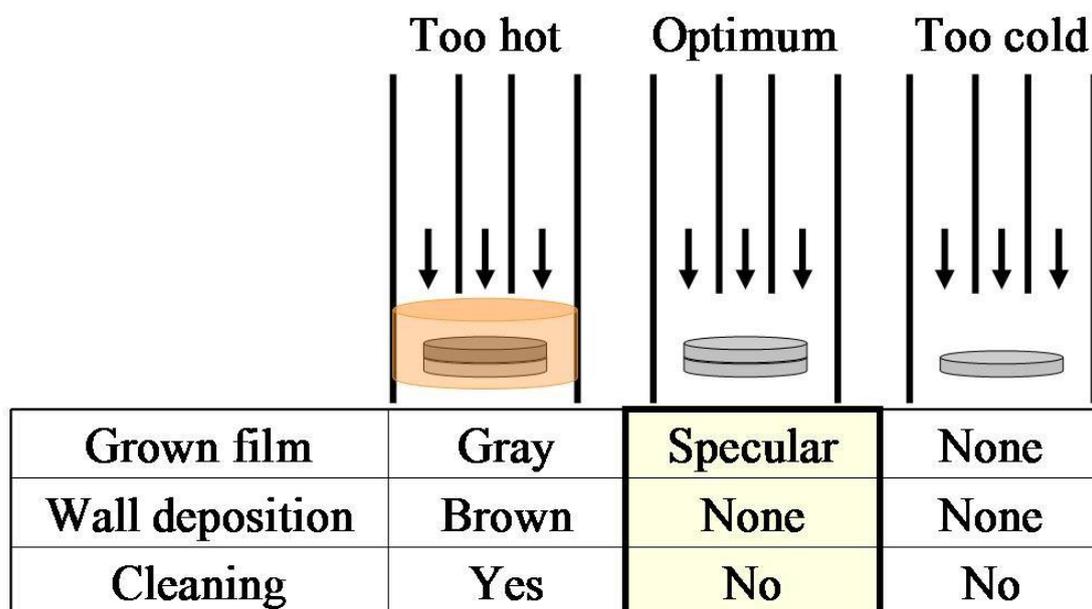


Fig.3-8 温度調整と成膜表面様子の関係

温度が高すぎると、表面反応を行うだけではなく、気相反応も生じる。核が気相中で発生し、粒子が生成する。その結果、シリコンウエハ表面にエピタキシャル成長すると共に、気相中に多数発生した Si の微粒子がシリコン基板の上や石英管壁面にも降積もった。石英管壁面の堆積は、ハロゲンランプからの赤外線を妨げるので、反応器内の熱条件が著しく悪化する。シリコン基板より上の位置の堆積は、シリコン基板表面への微粒子堆積や膜厚が不均一になる原因と考えられる。そこで、気相反応が生じて、反応容器の壁に堆積物が残った場合には、反

応器の洗浄を実行する必要がある。

一方、温度が低すぎると、全くエピタキシャル成長が生じない。ランプ加熱電圧を調整し、最適な温度を得ることにより、鏡面を有するシリコンエピタキシャル成長を実行しつつ、管壁に堆積しない条件が得られる。このようにクリーニング不要なプロセスを達成できる。

3.6 結言

本章では、総ガス流量を減少することにより生じる効果について述べた。総ガス流量を変化させた場合（232 sccm、174 sccm）における基板下側の温度を測定した。総ガス流量を 3/4 に減少させることにより、基板下側の温度が約 40 °C 程度上昇することが把握された。成膜速度は、これに対応して最大で毎分約 1 μ m 程度上昇することが把握された。この条件において壁面に堆積しなかったことから、クリーニング不要なプロセスも可能であることも把握された。

第四章 反射鏡構造の効果

集光型加熱炉では、ウエハだけに光も熱も集中されるため、温度の上昇が速くなる。その一方で、反応器周りの温度がほとんど上がらない。降温時には、放射熱の放出の方向が全方向になるので、降温も速くなる。本研究において、集光型加熱炉の反射鏡についても考察した、その詳細を、本章で説明する。

4.1 二種類の反射鏡の構造について

本研究に用いた二種類反射鏡の構造の概略図を Fig.4-1 (a) 、 (b) に示す。

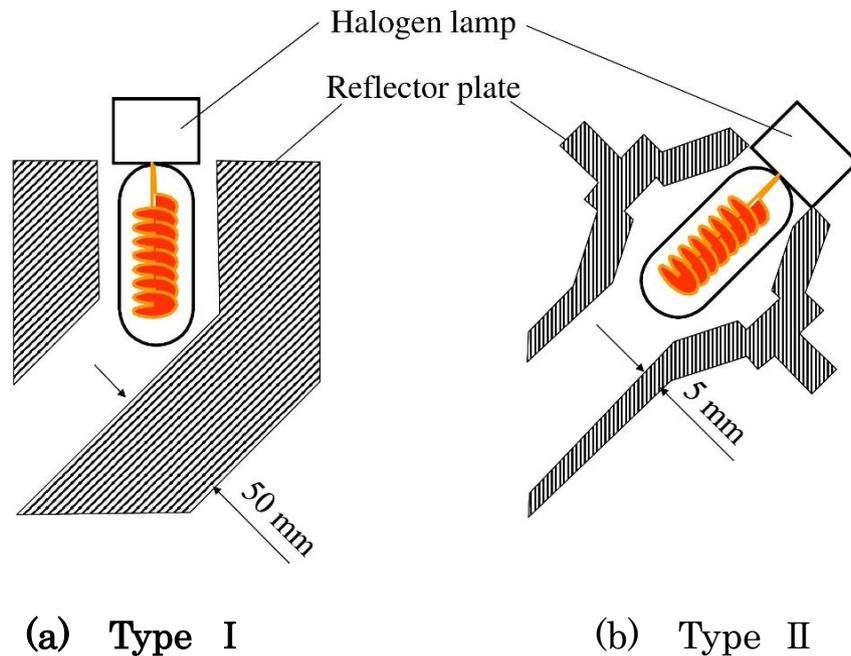


Fig.4-1 二種類の反射鏡の構造の概略図

Fig.4-1 (a) は、本研究に最初に用いた反射鏡 (Type- I ,肉厚型) である。この反射鏡の特徴は、金メッキ膜で覆われている胴体が約 50 mm の厚さを有していることである。胴体の材質はステンレスである。ステンレスは耐酸化性、耐薬品性や耐熱性に優れている。それにより、装置外の温度変動に対して敏感ではなくなるので、装置内の温度を高いまま長く維持できる。しかし、厚い胴体を通して遅い熱伝導も起こる可能性がある。さらに、装置内面が高温になるため、メッキの損傷の恐れもある。一方で、Fig.4-1 (b) は、今回の研究で使われた反射鏡 (Type- II ,肉薄型)を示す。材質は金メッキで覆われているステンレスである。この反射鏡は、胴体の厚さが約 5 mm であり、肉厚型反射鏡の 1/10 の厚さである

ことが特徴である。

Fig.4-2 は、二種類の反射鏡を用いた場合のハロゲンランプから CVD 装置内までの熱輸送の概略図である。

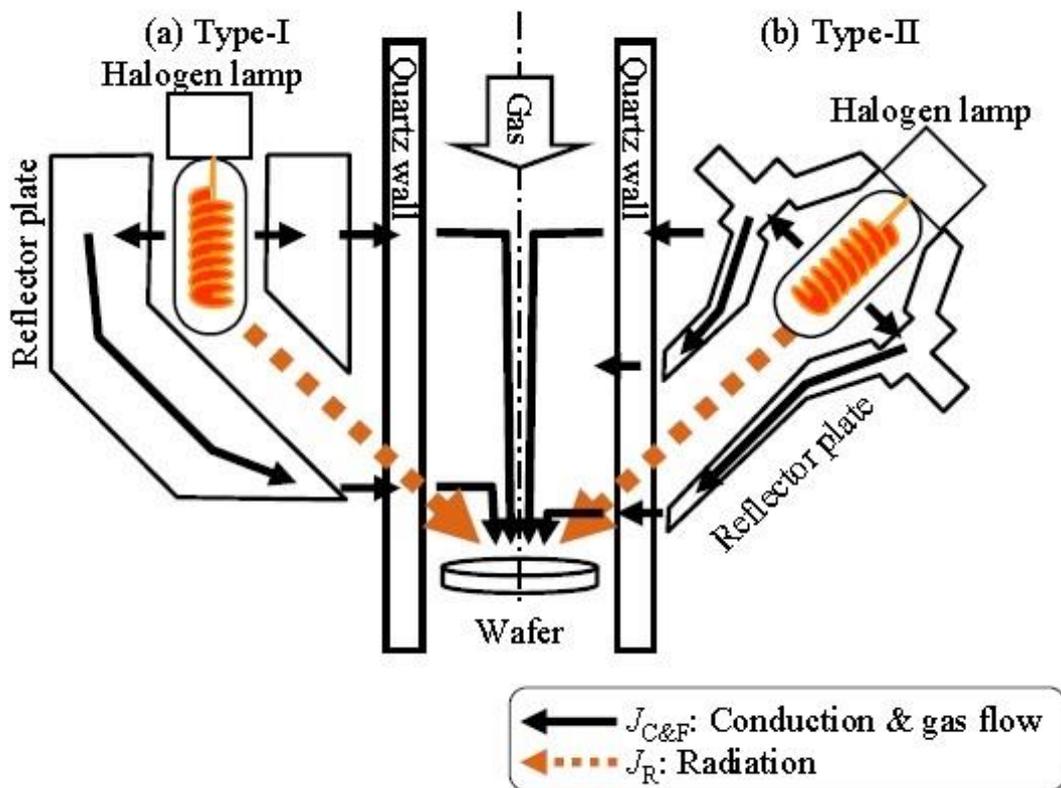


Fig.4-2 二種類の反射鏡を用いた際の熱輸送の概略図

基板を加熱するための放射熱は、点線を用いて示されている。実線を用いて示されているように、ハロゲンランプから反射鏡胴体の内部を通る熱伝導も生じる。

伝導により熱を運ぶ距離が長いために、Fig.4-2 (a) に示すように、胴体が厚い反射鏡においては、定常状態に到達するために長い時間を必要とする。そのため、全体的に、加熱プロセスが遅く、長くなると考えられた。Fig.4-2 (b) に示すように、肉薄型反射鏡の胴体を通る熱伝導の際には反射鏡の内側と外側の温度差が小さくなり、CVD 装置内外の温度差を減少させることにより、装置内の温度が素早く上昇し安定したまま維持できることが期待された。

4.2 二種類の反射鏡における成長プロセス

シリコンエピタキシャル成長における典型的なプロセスは、仕込み→昇温→基板表面清浄化→成膜→降温→取り出し→昇温→クリーニング→降温となる。

Fig.4-3 は、二種類の反射鏡を用いてエピタキシャル成長を行う際のプロセスを表している。

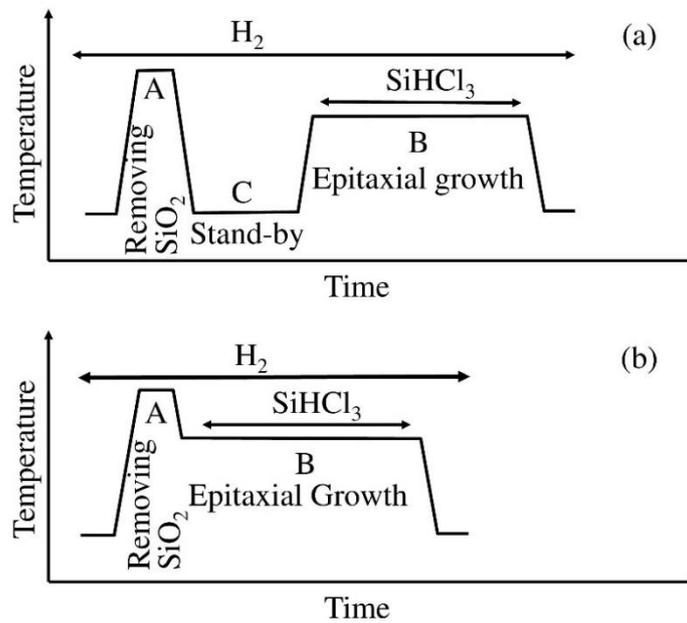


Fig.4-3 エピタキシャル成長プロセス

一般的に、シリコンエピタキシャル成長プロセスは、主な二つステップから構成される。ステップ A では、高温でシリコン基板の表面に存在する自然酸化膜を除去する。1100 °Cで水素雰囲気に一時間保持することにより、基板表面の自然酸化膜を除去できる。その後、700 °Cから 1000 °Cまでの範囲内に調整し、ステップ B : エピタキシャル成長を行う。ステップ B の間に、(4-1) 式の化学反応が生じ、シリコンエピタキシャル膜が形成される。



トリクロロシランガスの供給を終了することによって、成膜が終了する。その後、

ハロゲンランプの電力を低減することにより CVD 装置を降温する。

Fig.4-3 に示すように、ステップ C はステップ A とステップ B の間に行われる。ステップ A において表面酸化膜を除去した後に、清浄なシリコン表面を維持しながら、ステップ B のエピタキシャル成長を待つ工程である。ステップ C は同時に進行する反応プロセスに役に立つことが期待される。例えば、ある二つの CVD 装置を並列に配置して、装置 A と装置 B がそれぞれステップ A とステップ B を行う方法が可能である。実際に、シリコンウエハはステップ C を介して適度な加熱を維持しながら、装置 A から装置 B に移送できる。温度を増減するための操作が必要であるが、ステップ A およびステップ B を同時に並行して行うことができる。一枚のウエハの表面を装置 A で清浄にする間に、装置 B では他のウエハにエピタキシャル膜を形成できる。全体として、ステップ A およびステップ B の同時進行は、全プロセス時間を減少させることができると期待される。したがって、最初に、特に昇温速度及び安定するまでの時間を評価し、それらの熱挙動を比較するために、肉厚型反射鏡も肉薄型反射鏡も、Fig.3 (a) に示すようにステップ C を含めて全く同じプロセスを行った。その効果を評価した後、肉薄型反射鏡に適切なプロセスを検討し、Fig.3 (b) に示すようにステップ C を省略したプロセスに改善した。

4.3 二種類の反射鏡におけるシリコン基板の温度比較

二種類の反射鏡の構造によって、加熱する際に反応容器内の温度に違いが生じると推定された。二種類の反射鏡を用いて、温度に与える効果を考察した。

トリクロロシランガスを 9 sccm とし、水素ガスが 215 sccm であった場合、基板支持台下側の測定温度を比較した。その結果を Fig.4-4 に示す。

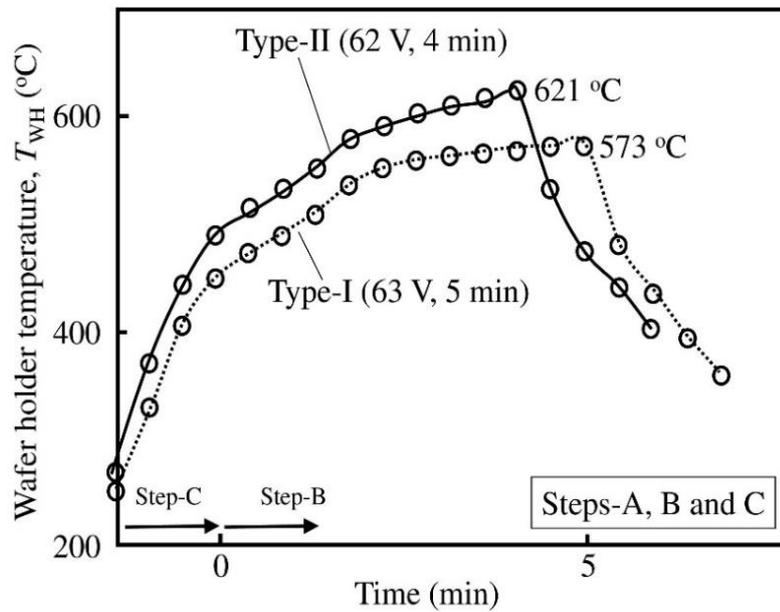


Fig.4-4 待機時間直後エピタキシャル成長の温度変化

Fig.4-4 では、二種類の反射鏡の効果を比較するために、反応装置を冷却する

ステップ C を含めて全く同じプロセスを使用した。点線や実線はそれぞれタイプ I (肉厚型) 反射鏡とタイプ II (肉薄型) 反射鏡を用いてステップ C の直後にステップ B を行った際のシリコン基板支持台下側の測定温度を表わしている。

タイプ I (肉厚型) 反射鏡を用いて、ランプ加熱電圧が 63 V で、トリクロロシランガスを 0 分から 5 分まで供給した時の温度変化を点線に示す。5 分で基板支持台下側の測定温度が 573 °C に到達した。実線に示す通り、タイプ II (肉薄型) 反射鏡を用いて、ランプ加熱電圧を 62 V とした場合には、4 分で基板下の測定温度が 621 °C に達した。したがって、タイプ I (肉厚型) 反射鏡を用いた場合より、タイプ II (肉薄型) 反射鏡を用いた場合には、基板温度が高くなることがわかった。

ここで、タイプ I (肉厚型) 反射鏡を用いた場合には、基板支持台下側の測定温度が安定した状態に達しなかったと考えられたので、成膜時間を Fig.4-5 に示すように延長した。

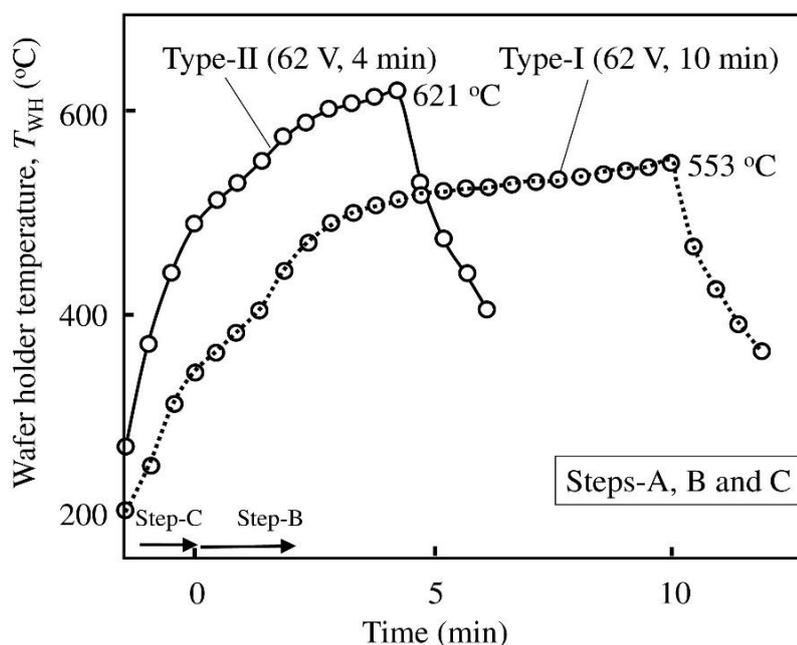


Fig.4-5 待機時間直後のエピタキシャル成長温度変化

点線に示すように、タイプ I (肉厚型) 反射鏡を用いて、ランプ加熱電圧を 62V とし、10 分間トリクロロシランガスを供給した後、基板支持台下側の測定温度が 553 °C に達した。タイプ II (肉薄型) 反射鏡を用いた場合は、実線に示された通り、ランプ加熱電圧を 62 V とし、4 分間トリクロロシランガスを供給した後に、測定温度が 621 °C に達したことがわかった。タイプ I (肉厚型) 反射鏡を用いた場合には、成膜時間が長く伸びても測定温度が約 70 度低いことが認められた。この違いは、タイプ II (肉薄型) 反射鏡では、胴体が薄い構造であるため、反射鏡自身を通る熱伝導が素早くなり、CVD 装置内外の温度差が低下した

結果と考えられた。それにより、タイプ II (肉薄型) 反射鏡を用いて、素早く加熱して、時間を短縮するプロセスを実現する可能性がある。

4.4 タイプ II (肉薄型) 反射鏡におけるプロセス最適化

加熱プロセスを最適化するために、タイプ II (肉薄型) 反射鏡を使用した場合において、ステップ C を省略して効果を把握した。その結果を Fig.4-6 に示す。

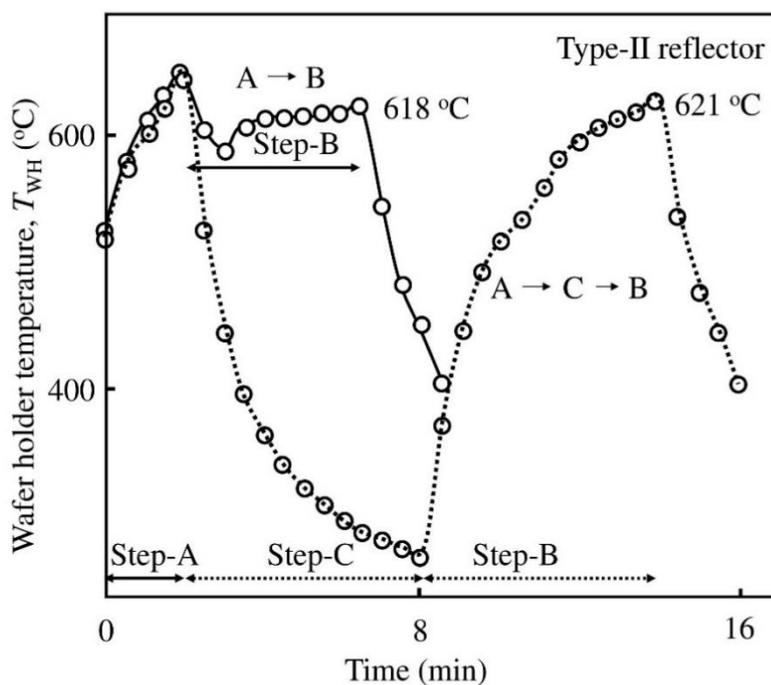


Fig.4-6 タイプ II (肉薄型)反射鏡を用いた温度変化

ランプ加熱電圧を 62 V、トリクロロシランを 9 sccm とし、水素を 215 sccm と

してエピタキシャル成長を行った。点線は、ステップ A、B、C を含めたエピタキシャル成長を行った場合の基板支持台下側の測定温度の変化を示す。点線に示された通り、2 分までホルダ下の測定温度を 650 °C に増加させ、水素環境でシリコンウエハ表面の酸化物を除去した。その後、ステップ C を行うために、ハロゲンランプの加熱電圧を 80 V から 30 V に低下させ、測定温度をピークから約 250 °C までに低下させた。ステップ C を 6 分間継続した後、ランプ加熱電圧をもう一度 62 V に上昇させて、6 分間のエピタキシャル成長を行った。成膜が終わった時、測定温度が 621 °C に達した。しかし、14 分においても測定温度がまだ十分に安定せず、増加し続けていることが認められた。

一方、ステップ C を省略した場合の測定温度の変化を実線に示す。2 分では、点線と重なっている。ステップ A の後、ランプ加熱電圧を 62 V に調整し、エピタキシャル成長を行った。3 分で、測定温度がわずかな減少を示した。しかし、その後直ちに回復し、6 分で 618 °C まで増加し、安定した状態に達した。ステップ C を省略した場合には、成膜電圧にしてから、成膜温度が安定するまでの時間が短くなり、プロセスが素速くなり、全体の時間も短縮したことが認められた。

このように、肉薄型反射鏡を用いることにより、反射鏡壁面の温度が安定し易いことから、反射鏡を冷却するために仮に設けていたステップ C (待機時間 6 分間) を省略可能となった。シリコンウエハ表面の自然酸化物を除去した直後に、

エピタキシャル成長を行う場合にも、成膜環境が安定し易いことが分かった。

4.5 結言

本章では、本研究に用いた二種類の反射鏡の構造を比較し、それによりシリコンエピタキシャル成長工程に生じる効果を検討したので、その詳細を述べた。反射鏡は、胴体の肉厚が厚いもの（肉厚型）と薄いもの（肉薄型）の二種類である。二種類の反射鏡の構造により、容器内の熱環境に影響することを予想し、二種類の反射鏡を用いて、その効果を検証した。同じ実験条件で基板下側の温度を測定し、肉厚型に比較して、肉薄型反射鏡を用いた方が基板温度の昇降温が速くなり、素早く定常状態になり易いことが把握された。その結果により、肉薄型反射鏡を採用することにより、表面清浄の直後にエピタキシャル成長を行うことにより、成膜するために必要な温度を安定に維持できるようになり、高速プロセスが実現される可能性が示された。

第五章 膜厚分布均一化方法

半導体デバイスを製作するプロセスで使われているエピタキシャル成長法に対して要求される共通条件は、次の通りである。

- (1) エピタキシャル膜に構造欠陥が少ないこと
- (2) 薄い膜が均一に形成できること
- (3) オートドーピングが小さいこと
- (4) できるだけ低温で成長できること

シリコンを用いた電子素子の作製には、数ミクロンあるいは 1 ミクロン以下の厚さをもったエピタキシャル膜が用いられる。このような薄い膜を、厚さが均一になるように形成しなければならない。そこで、シリコンエピタキシャル成長の成膜温度や成膜速度などを最適化することにより、膜厚分布を均一化する必要がある。

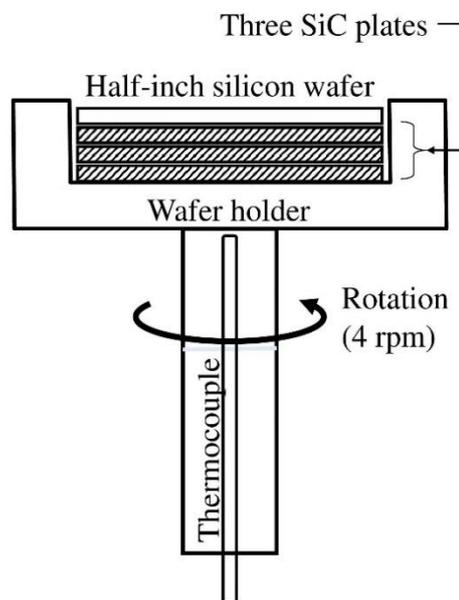
集光型赤外線加熱炉では、ハロゲンランプからの熱がシリコンウエハの表面領域に集中されるため、局所的な温度分布が生じ易い。そこで、シリコンウエハ表面に沿った熱伝導を局所的な高温と低温の領域の間の温度差を小さくすることに利用すべきである。これを実現するために、高い熱伝導率を有する SiC サセプタは便利である。

また、シリコンウエハの同心円上の温度分布と膜成長速度を平均化するため

に、多くの CVD 装置に用いられる基板回転は有効な方法である。

5.1 基板回転とサセプタ

本研究に用いた反応容器やシリコンウエハホルダの材質は天然石英ガラスである。半導体デバイス製造プロセスに使用される天然石英ガラス治具の特性としては、高純度、高耐熱性が重要である。シリコンウエハを熱処理する際のウエハホルダや反応容器の構成部材が不純物の発生源のひとつの要因となり得ることが考えられる。石英では、高温においては、熱変形のみならず不純物をよく拡散させるようになることが問題である。そこで、SiC を用いれば不純物の拡散が抑えられる可能性の高いこと¹⁶⁾がよく知られ、研究にも、工業生産にも、広範囲に使用されている。そこで、SiC の伝導率が大きいことを利用し、ウエハ面内の温度を均一化するために、シリコンウエハとホルダの間に SiC サセプタを設置した。さらに、エピタキシャル膜の厚さ分布には、ウエハ上を流れる原料ガスの流れの影響が特に大きく、成膜速度のウエハ面内分布を平均化し、膜厚分布を均一にするために、基板回転装置を設置した。基板と SiC サセプタの配置¹⁷⁾を Fig. 5-1 に示す。



4

Fig.5-1 基板回転と SiC サセプタ

ウエハホルダの下側に基板回転軸が設けられている。回転速度を 4rpm としてゆっくりシリコンウエハを回転した。回転するウエハホルダの中央部に向かって上側からガスノズルによって原料ガスを供給して成長を行う。ウエハの同心円に沿って成膜速度を平均化する効果を有するため、エピタキシャル膜の厚さ分布も平坦になることが期待された。

高い熱伝導率を有する SiC は、シリコンウエハの中心から端までの温度差を小さくすることができ、均一にすることが期待されている。SiC サセプタの直径と厚さはそれぞれ 16 mm、0.58 mm であった。ウエハホルダとハーフインチウエ

ハの間に SiC サセプタを三枚設置した。

5.2 基板回転による生じる効果

タイプ II (肉薄型) 反射鏡を用いて、ステップ C を省略したプロセスにより、シリコンエピタキシャル膜をハーフインチシリコンウエハの表面に形成した。トリクロロシランガスと水素ガスの流量はそれぞれ 9 sccm および 215 sccm であった。ハロゲンランプの加熱電圧を 60 V とし、エピタキシャル成長を 4 分間行った。エピタキシャル膜の厚さは、成膜する前後にマイクロメーターによりウエハの厚さを測定することによって得た。膜厚分布を縦方向および横方向の線に沿ってそれぞれ破線と実線を用いて 5 つのポイントで評価した。回転させた場合の厚さ測定点の位置の扱いは、ウエハの表面に目印 (線) があるので、それを使って合わせている。

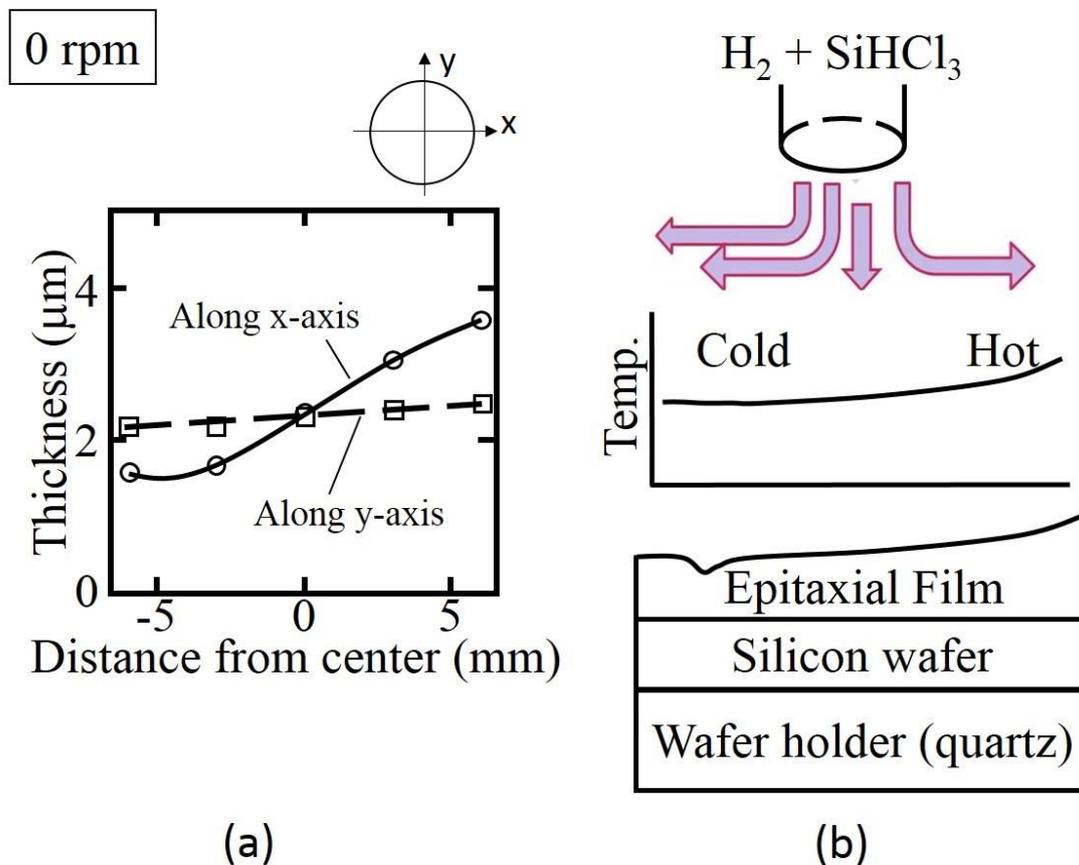


Fig.5-2 膜厚分布と基板回転などの効果

(基板回転なし&SiC サセプタなし)

基板を回転せず、SiC サセプタを用いずに形成されたエピタキシャル膜の厚さ分布を Fig.5-2(a)に示す。y 軸に沿った膜厚は約 $2\ \mu\text{m}$ であって、平坦であったが、x 軸に沿うエピタキシャル膜の厚さは、 1.5 から $3.5\ \mu\text{m}$ に広く分布していた。この図では、エピタキシャル膜の厚さは、右から左へ減少したことを示した。この図において、エピタキシャル成長速度は約 $0.5\ \mu\text{m}/\text{分}$ であり、(3-1)式により、シリコンウエハの温度は約 $900\ ^\circ\text{C}$ であることが把握された。

ウェハ温度と我々の以前の研究で得られたガス流量との関係に基づいて、ガス入口から注入されたガス流れは、ウェハ表面に到達し、その温度を低下させると考えられた。この状態の概略を、Fig.5-2 (b)に示す。右から左への非対称のガス流れにより、左側の領域における表面温度は、右側の領域に比べて低くなり、この熱の状況に対応し、左領域で形成されたエピタキシャル膜の厚さは右の領域に比べて小さくなったと考えられた。

ガス流れの方向によって形成された非対称な条件を調整可能であることを期待して、基板を回転した。Fig.5-3 (a) は、基板回転速度を 4 rpm とした際にシリコンウェハ表面上に形成されたエピタキシャル膜の厚さ分布を示す。

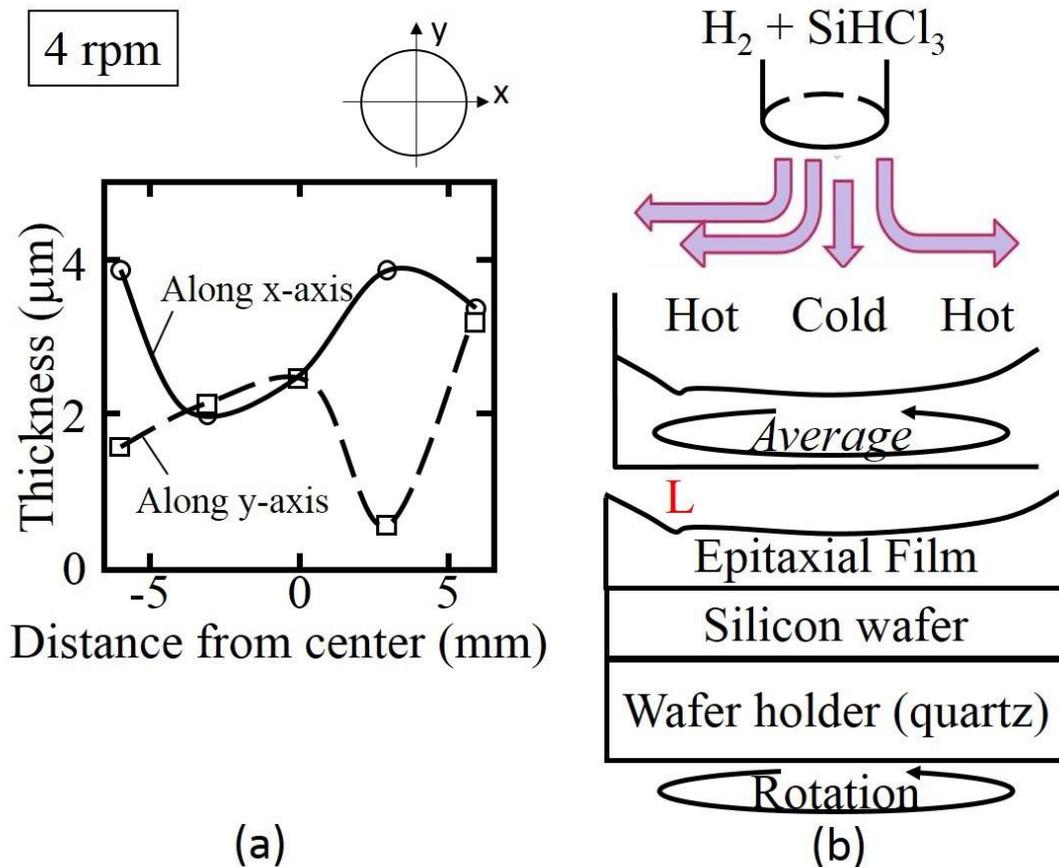


Fig.5-3 膜厚分布と基板回転などの効果

(基板回転あり & SiC サセプタなし)

y 軸と x 軸に沿った厚さ分布には、丘や谷が認められた。厚さ分布は、回転したウエハの同心円に沿って均一化されることが期待されたが、Fig.5-3 (a) に示すように、かなり複雑であり、非対称であった。

Fig.5-3 (b) のように、ガス流れはウエハ中央領域の温度を低下させるので、エピタキシャル膜は、他の領域よりも薄くなるように考えられた。しかし、文字 L

で表した箇所形成の原因は、ガス流れにより生じた温度差以外にも影響する要因、例えば、局所的な温度差、もあると考えられた。したがって、膜厚分布の均一性を向上させるために、特定の箇所に局所的に形成される温度差を小さくする方法を検討するべきである。

5.3 SiC サセプタの使用による生じる効果

石英製のシリコンウエハホルダは熱伝導率が非常に低いため、ウエハ表面に局所的に高温と低温の箇所が生じたと考えられた。それを改善するために、高い熱伝導率を有する SiC サセプタを用いて、水平方向の熱伝導を促進する効果を期待した。

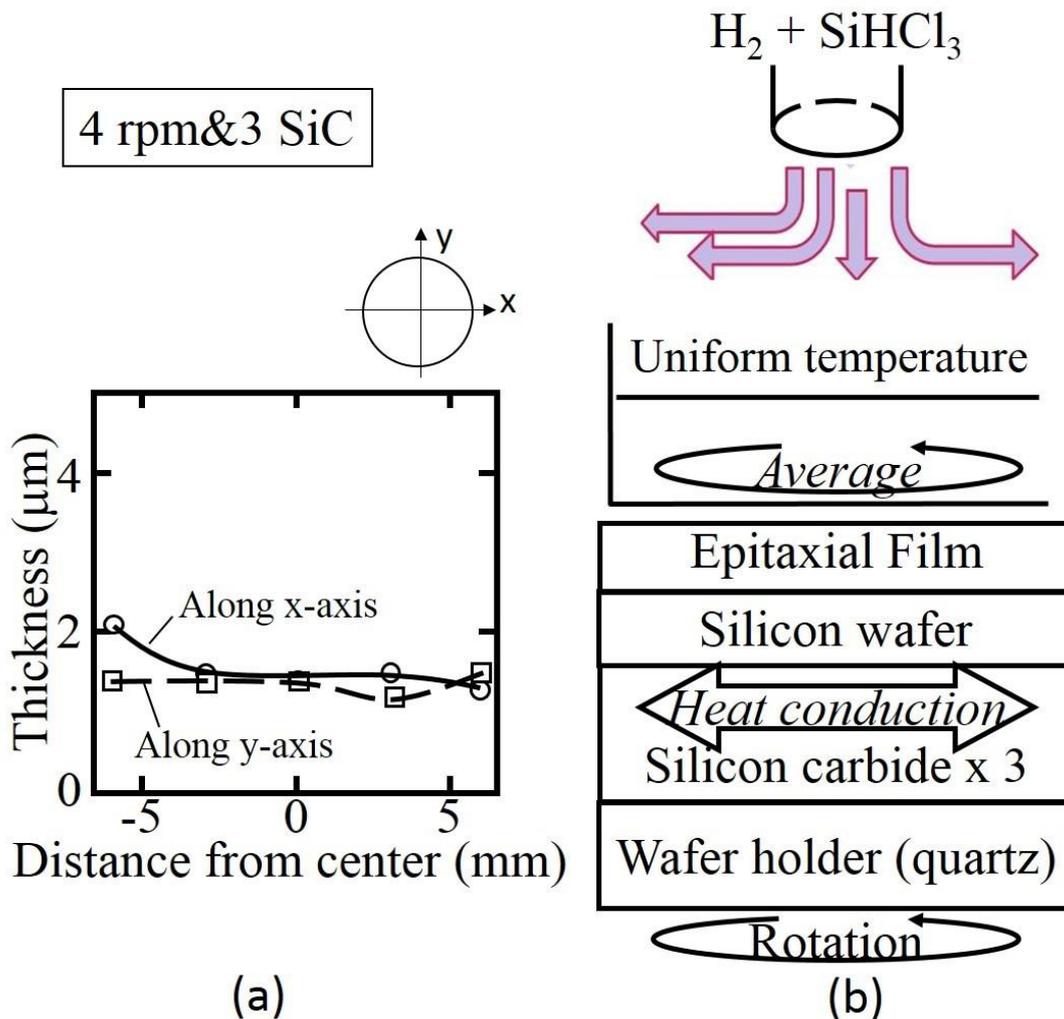


Fig.5-4 膜厚分布と基板回転などの効果
(基板回転あり & SiC サセプタ三枚あり)

回転速度を 4 rpm にしたままで、SiC サセプタ三枚を使用した。その結果を Fig.5-4 (b) に示す。シリコンウエハの温度に局所的な不均一が形成される条件であっても、基板回転と共に SiC サセプタを用いることにより、熱伝導により、表面の温度差を低減させて、均一な温度分布を得ることにより、均一なエピタキシ

ャル膜を得られることが期待された。

Fig.5-4 (a) は、エピタキシャル成長した膜厚分布を示す。SiC サセプタを用いることにより、エピタキシャル膜の厚さ分布は、x 軸及び y 軸に沿って平坦であることが認められた。

5.4 結言

本章では、肉薄型反射鏡を用いた CVD 装置において膜厚分布を均一化する方法について述べた。半導体デバイスの特性はエピタキシャル膜の厚さによって大きく影響されるので、成長した膜厚の均一性を確保することはエピタキシャル成長技術の開発にとって重要な課題となる。シリコンウエハの上に原料ガス濃度を均一化し、成膜速度のウエハ面内分布を平均化し、膜厚分布を均一にするために、基板回転装置を設置した。その際には、ウエハ面内の温度を均一化するために、シリコンウエハとホルダの間に SiC サセプタを三枚設置した。低速の基板回転（4rpm）と SiC サセプタを使用することにより、膜厚分布が均一化され、膜厚分布形状が対称で均一になることが把握された。同時に、薄膜表面が鏡面になり易いことが把握された。

第六章 反応容器壁面冷却の効果

基板温度と得られた膜表面形態の関係から考えると、高温におけるエピタキシャル成長では、表面反応と共に気相反応も起こる恐れがある。高温で気相反応を抑えて膜表面形態を改善するために、石英管の外側に送風装置を設置して効果を確認した。その詳細を述べる。

6.1 冷却装置

成膜温度を高くしても、気相反応を抑えて表面反応のみを行え、シリコンエピタキシャル膜の表面を鏡面にすることを目的とした。そのために、単純に成膜温度を下げた場合には、気相反応だけでなく、表面化学反応も起こらなくなる可能性がある。そこで、成膜できる温度を維持したまま、成膜環境の気相における高温領域を狭くして表面反応のみを行い、鏡面のエピタキシャル膜を形成させる方法として、CVD 装置の石英反応容器の外側に、送風管を三本設置した。その概略を Fig.6-1 に示す。

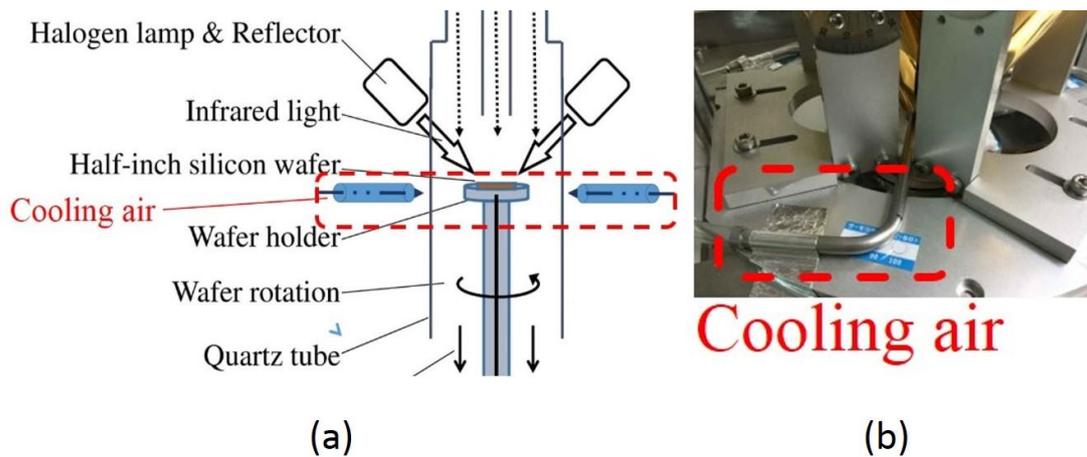


Fig.6-1 冷却装置-送風管三本

Fig.6-1(a)に示すように、石英容器の外側のシリコンウエハホルダと同じ高さ
に、送風管を三つ、三方向に設置した。Fig.6-1 (b) の拡大写真の通り、送風管を
石英容器に近接させ、シリコンウエハ周りを全体的に冷却させることができる。
第六章では、それにより生じる効果を考察した。

6.2 冷却装置により生じる温度変化

冷却装置を用いることにより、基板支持台下側の測定温度が下がると予想し、
その結果を検証した。

トリクロロシランガスを 9 sccm とし、水素ガスを 215 sccm にした場合で、ハ
ロゲンランプ電圧を 58 V から 70 V まで調整した。その温度測定結果を Fig.6-2
に示す。

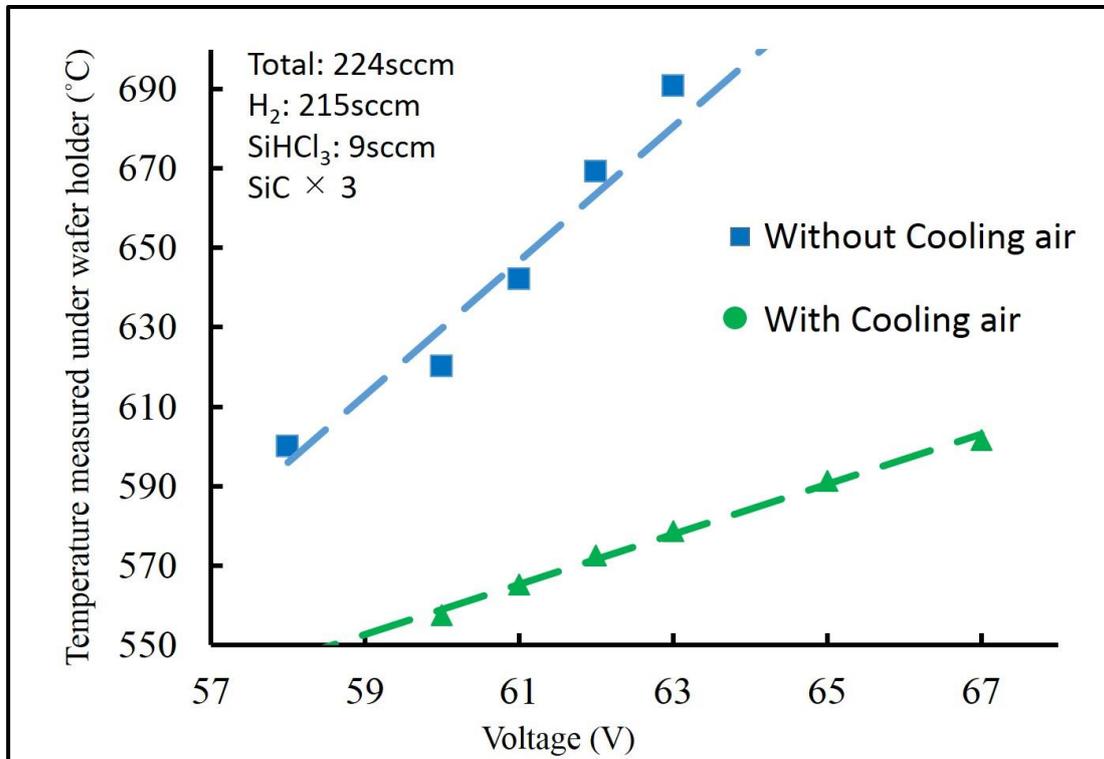


Fig.6-2 送風装置により生じた温度変化

横軸がハロゲンランプの加熱電圧であり、縦軸が基板支持台下側の測定温度である。送風装置を設置しない場合の温度を、青色四角を用いて表わした。電圧を増加すると温度が著しく上昇した。一方、緑色三角を用いて示す通り、送風装置を設置した場合には、電圧を増加すると共に温度が上昇したものの、送風装置がない場合よりも穏やかであり、数十度低い値であった。

送風装置を設置することにより、シリコンウエハの温度に大きな影響が生じ、成膜環境の温度が下がったことが認められた。

6.3 冷却装置により生じた膜表面形態変化

冷却装置により、基板支持台下側の測定温度が低下した場合において、得られた膜鏡面の形態を観察した。

トリクロロシランガスを 9 sccm とし、水素ガスを 215 sccm にした場合において、ハロゲンランプの加熱電圧を 62 V とし、5 分間エピタキシャル成長した。

冷却装置を用いなかった場合に得られた膜表面の形態を Fig.6-3 に示す。

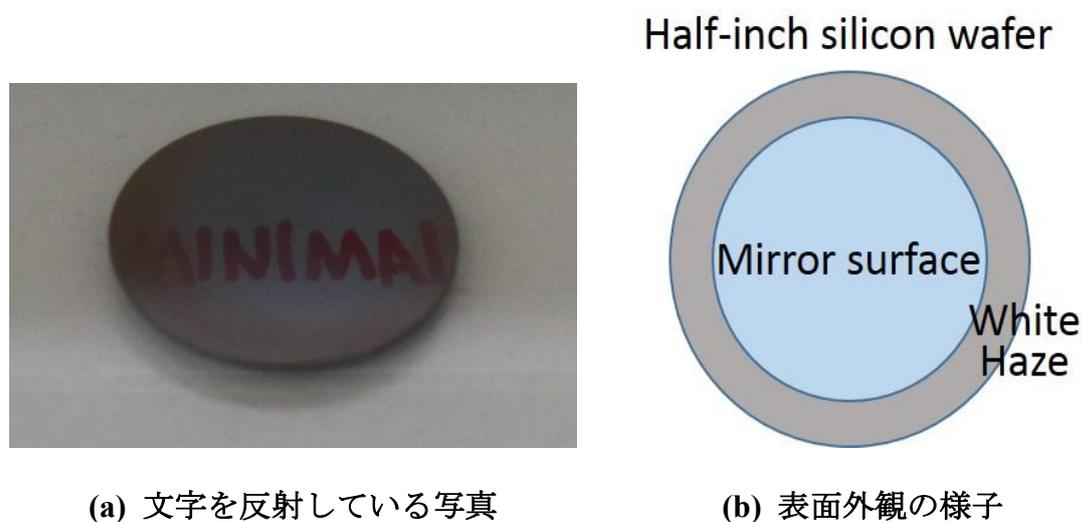


Fig.6-3 エピタキシャル膜の表面形態(62V&5min)

ハーフインチウエハの真ん中に文字が部分的に反射しているが、端部は白濁していた。この結果、円筒形の反応装置内の周辺域の温度が高く、気相反応が生

じて、シリコン粒子が気相中に発生し、その粉末がシリコンウエハにも、石英反応容器の壁面にも堆積した結果と考えられた。次に、シリコンエピタキシャル膜を鏡面に維持するために、送風装置から反応容器を冷やして、気相の温度を低下させた。

そこで、ハロゲンランプに加える電圧 (V) を変化させた場合に得られる膜の表面の様子を Fig.6-4 に示す。この図は、文字が表面に反射して見える様子を捉えた写真である。

V	Without Cooling air	With Cooling air
60		
61		
62		
63		
65		

Fig.6-4 エピタキシャル膜の表面形態

Fig.6-4 に示すように、左側は、送風装置を用いない場合に得られたエピタキシャル膜の表面形態である。ハロゲンランプの加熱電圧を 63 V 以下にした場合において、ハーフインチウエハの真ん中に文字が部分的に反射しているが、端部は白濁した。ハロゲンランプの加熱電圧を 63 V 以上に上げた場合においては、膜表面の全体が白濁し、文字がウエハ表面で反射できなくなった。一方、送風装置を用いた際の膜表面形態を右側の写真に示す。ハロゲンランプの加熱電圧を 65 V に上げて、膜表面が鏡面に維持され、文字が反射して明瞭に見えることがわかった。

その結果、送風装置が設置されている場合において、成膜環境の温度が制御され、気相反応が起こらない適切な温度範囲内でエピタキシャル成長を行えることがわかった。

同じ成膜条件で得られた膜の表面形態を比較したことにより、冷却装置を用いることにより生じた効果を考察した。Fig.6-5 は、トリクロロシランガスを 9 sccm とし、水素ガスを 215 sccm にした場合で、ハロゲンランプの加熱電圧を 65 V にして、5 分間エピタキシャル成長を行って得られた膜の表面形態である。

Time: 5 min

Lamp Voltage: 65 V



(a) Without Cooling air



(b) With Cooling air

Fig.6-5 エピタキシャル膜の表面形態(同じ成膜条件)

Fig.6-5 (a) に示すように、送風装置を用いない場合には、エピタキシャル膜の表面が茶色になり、文字の反射が認められなくなった。この原因は、高温で気相反応が発生し、生成した粒子が自然対流により反応容器の壁面にもシリコンウエハにも運ばれて堆積したためであると考えられた。Fig.6-5 (b) に示すように、送風装置を用いることにより成膜環境が冷却され、エピタキシャル膜の表面が鏡面のままに維持され、表面が文字を反射する様子が認められた。送風装置を用いた場合には、気相反応が抑制されると共に、成膜温度が適切に維持され、表面反応のみを進めることができたために、膜表面を鏡面のままエピタキシャル成長を行うことが可能となった。

同じ膜表面形態が得られた際の成膜条件や成膜速度を比較した。トリクロロ

シランガスを 9 sccm とし、水素ガスを 215 sccm にして、エピタキシャル成長を 5 分間行った。その結果を、Fig.6-6 に示す。

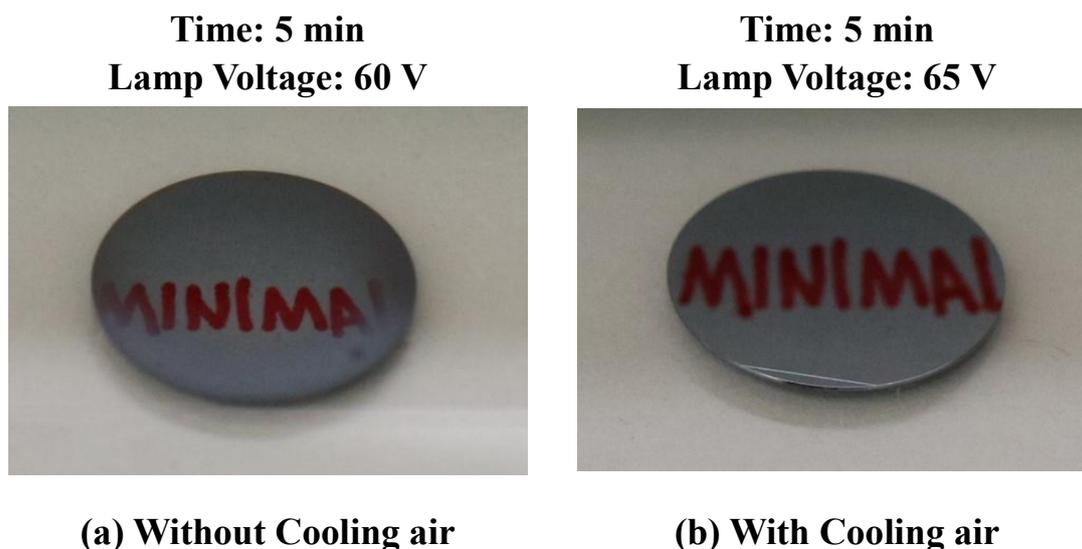


Fig.6-6 エピタキシャル膜の表面形態 (同じ表面形態)

Fig.6-6 (a) に、ハロゲンランプの加熱電圧を 60 V にして、送風装置を用いずに成長した膜表面を示す。文字を反射する様子が認められた。成膜速度は 0.88 $\mu\text{m}/\text{min}$ であった。次に、送風装置を用いて、ガス流量を同一とし、ハロゲンランプの加熱電圧を 5 V 程度上げた場合でも、Fig.6-6 (b) に示すように、膜表面の様子が鏡面だった。この際の成膜速度は 1.41 $\mu\text{m}/\text{min}$ であった。したがって、送風装置を使用することにより、ハロゲンランプの加熱電圧を上げて、成長速度を増加しながら、膜表面を鏡面にできることがわかった。

送風装置の設置により生じた効果の原因は、Fig.6-7 に示すように石英反応容器内のガス流れが変化したことにあると予想された。

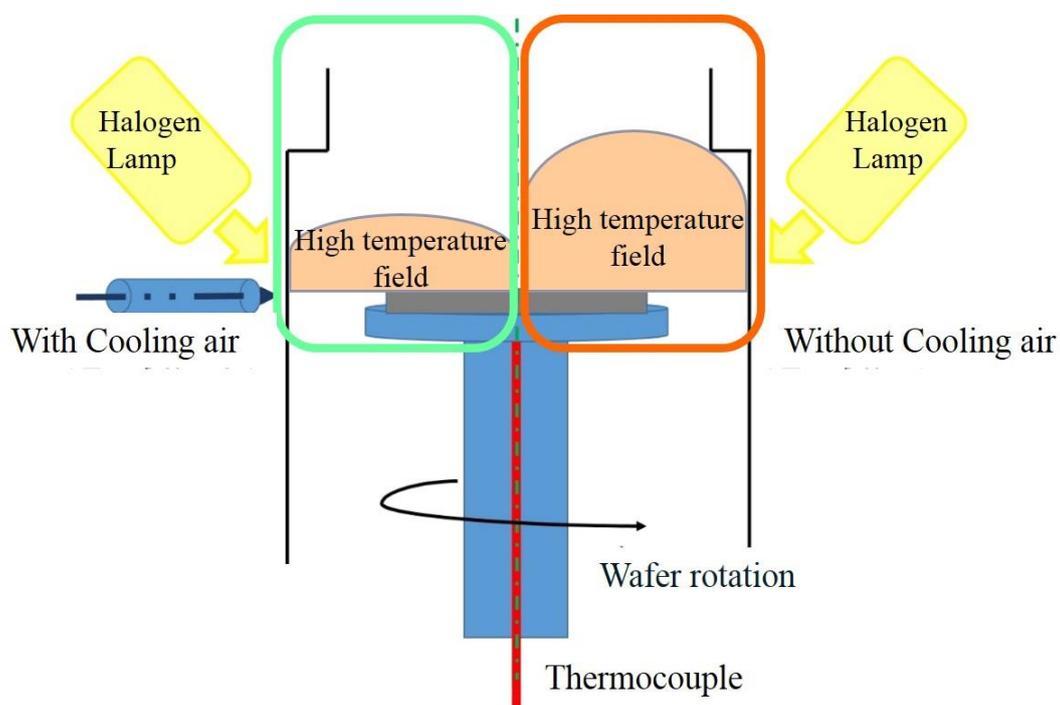


Fig.6-7 石英反応容器内のガス流れの様子

Fig.6-7 の右側において、送風装置が設置されていない場合のガス流れの様子を示す。反応容器内の気相における高温領域が大きいことが予想された。しかし、左側において、反応容器外側のウエハとの水平位置に送風装置が設置され、送風装置から石英反応容器を冷却することにより、反応容器内の温度が数十度下がり、気相における高温領域が小さくなって、気相反応が抑制され、表面反応のみを行うことが可能になり、表面が鏡面に維持できると考えられた。以上より、送

風装置は、シリコンエピタキシャル膜表面形態を改善することに役に立つものと考えられる。

6.4 結言

本章では、成膜温度を高温にした場合においてもシリコンエピタキシャル膜の表面を鏡面にすることを目的として、石英反応容器の外側に送風装置を設置して効果を確認したので、その詳細を報告した。石英管内においてシリコン基板周辺の高温領域を狭くするために、石英反応容器の外側に送風管を三本設置した。赤外線ランプに加える電圧を変化させた場合に得られる膜の表面形態を比較すると、送風装置を用いていない場合には膜表面が白濁し易いが、送風装置を用いると膜表面が鏡面に維持され易いことが分かった。送風冷却により石英反応容器壁面が冷却されることに起因して、自然対流が抑制されると共に気相反応が抑制され、化学反応がウエハ表面のみにおいて進行し易くなるために膜の表面が鏡面になると考えられた。

第七章 熱収支の考察に基づく総ガス流量削減

以上の研究において、シリコンエピタキシャル成長条件を最適化し、省エネルギー・省電力消費プロセスを実現するために、CVD 装置内の熱収支を推定し、エピタキシャル成長条件の改善を検討した。

7.1 シリコンウエハの温度に影響する要因

第三章では、集光型加熱炉における熱平衡や総ガス流量を減少することにより生じる効果について述べた。シリコン基板の温度に影響する要因を把握するため、基板支持台下側で測定した温度と水素ガス流量などの関係を基に、反応装置内の熱収支について検討した。Fig.7-1 は、反応装置内の放射とガス流れからの影響を示す。

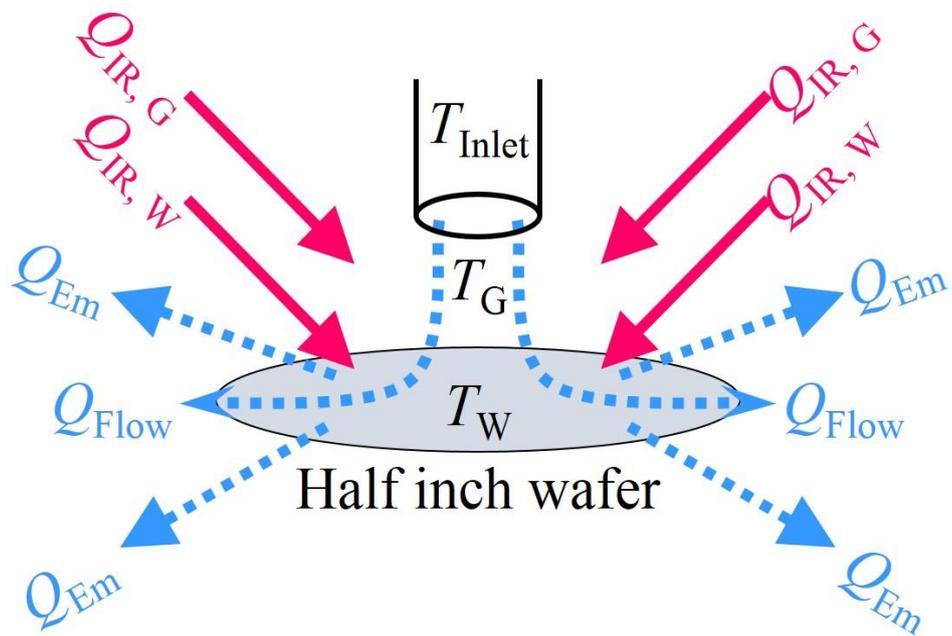


Fig.7-1 反応装置内の放射-ガス流れからの影響

反応装置内の熱収支は次のように推定された。

<p>総熱量＝</p> <p>ウエハによる光吸収($Q_{IR,W}$) - 流れによる冷却(Q_{Flow})</p> <p>- ウエハ自身からの放射熱(Q_{Em}) - 反応熱(吸熱) + ガスの光吸収($Q_{IR,G}$)</p>
--

即ち、赤外線ランプからシリコン基板に届く赤外線による熱流束によりシリコン基板が加熱されると同時に、ガスなどによる冷却が生じ、それらの釣り合い

によりシリコンウエハの温度が決定される。

7.2 総水素流量の減少により生じる温度変化

ここで、総水素流量をある値以下にした場合には、ガス流れによる冷却が無視できる程度に小さくなると考えられた。以上を基に、水素ガス流量を 35~185 sccm の間で変化させた場合の基板支持台下側の温度の変化を測定した。その結果を Fig.7-2 に示す。

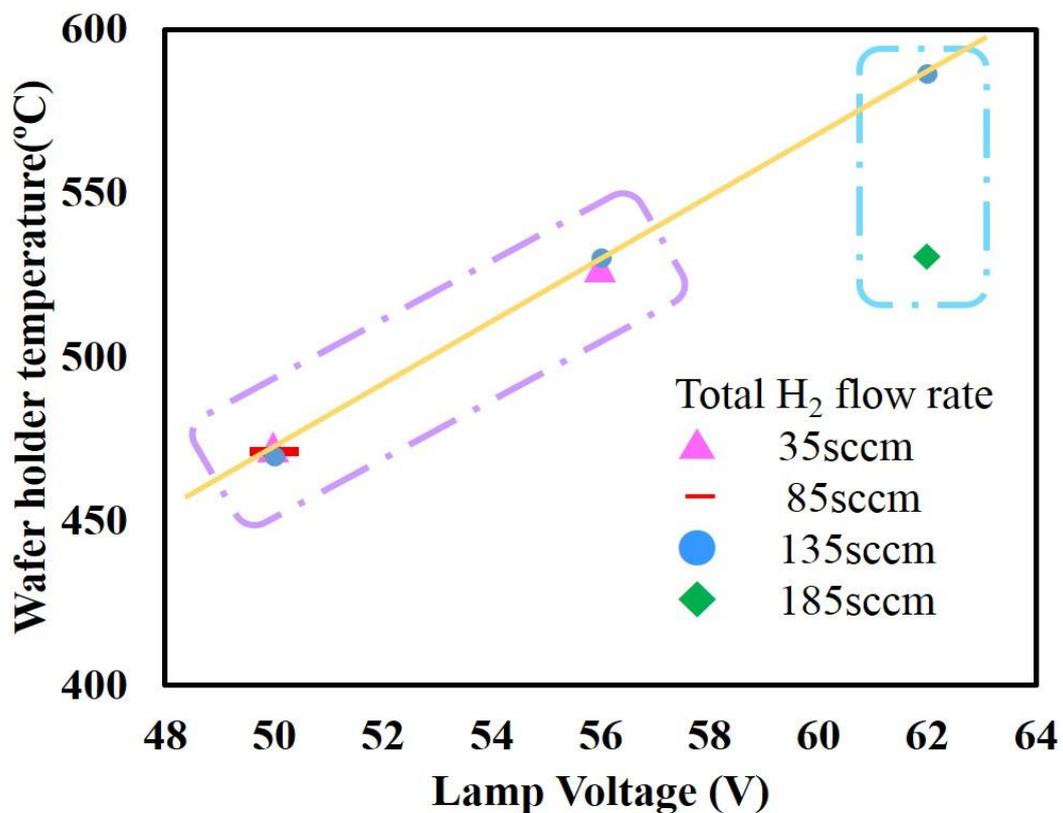


Fig.7-2 総水素ガス流量の減少により生じる温度変化
(SiC サセプタ三枚使用)

ハロゲンランプの加熱電圧を 62 V とし、総水素ガス流量を 185 sccm にした場合には、基板支持台下側の測定温度が約 530°C に達した。135 sccm に減少することにより、基板支持台下側の測定温度が約 50 °C 上昇し、約 580 °C に達した。更に、135 sccm から 85 sccm、35 sccm まで総水素流量を下げても、基板支持台下側の温度は同じ値に維持されることが測定された。ここで、総ガス流量 56 sccm の条件においても得られたシリコン薄膜の表面が鏡面であった。

トリクロロシランガスを 21 sccm、総水素ガス流量を 35 sccm、ハロゲンランプの加熱電圧を 59 V として、エピタキシャル成長を 8 分間行った。この場合、成膜速度が約 0.1 $\mu\text{m}/\text{min}$ となった。エピタキシャル膜表面形態の様子を Fig.7-3 に示す。



H₂: 0 sccm
TCS: 21 sccm
TCS(H₂) : 35 sccm
Total: 56 sccm
Lamp Voltage : 59 V
Time : 8 min

Fig.7-3 総水素ガス流量を減少した場合における膜表面形態

鏡面が維持されたため、表面で文字を反射していることが認められた。総水素ガス流量を減少しても、鏡面のシリコンエピタキシャル膜が得られることがわかった。

7.3 反応装置内熱の移動現象

これまでの研究に基づいて、CVD 装置内の熱移動の様子の全体像を Fig.7-4 に示す。

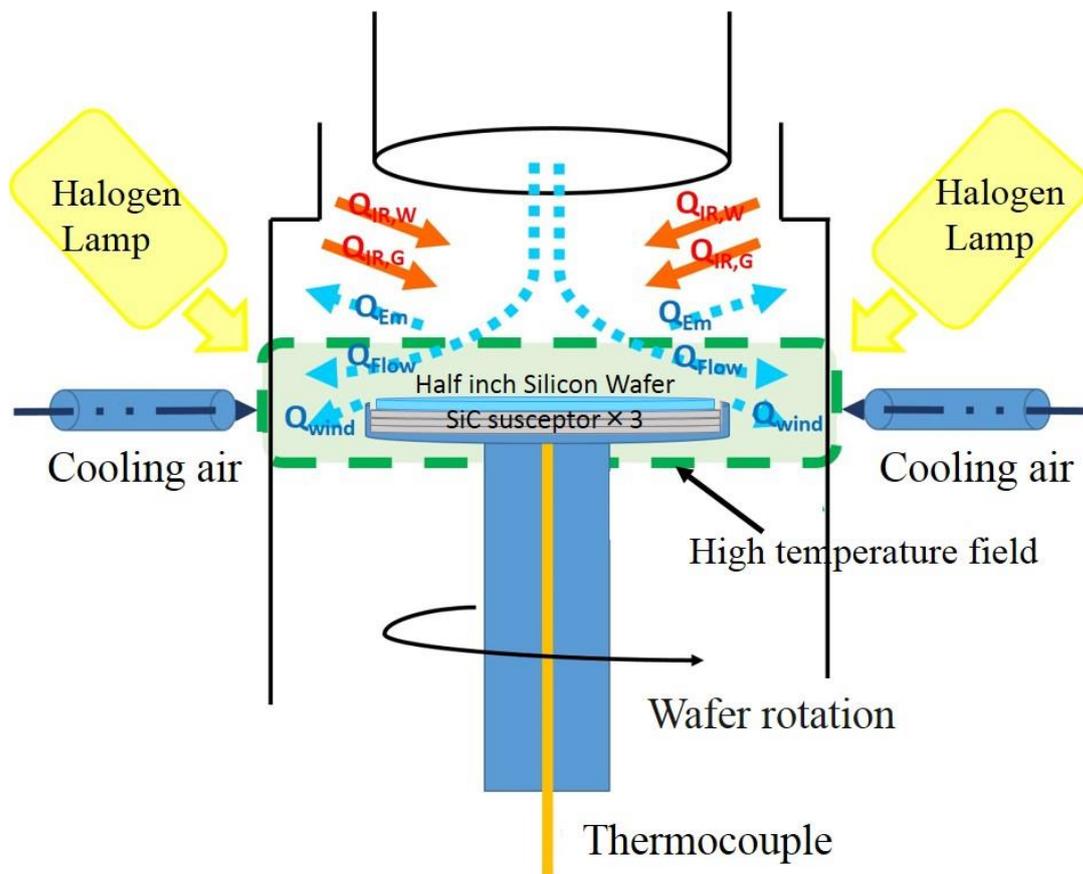


Fig.7-4 CVD 装置内の熱移動の様子の全体像

ランプから届く赤外線による熱流束 ($Q_{IR,w}$)、ガスによる冷却 (Q_{Flow})、ウエハ自身からの放射熱 (Q_{Em})、反応熱 (吸熱)、ガスの光吸収 ($Q_{IR,G}$)、さらに、送風装置による冷却 (Q_{wind})、それらの釣り合いによりシリコンウエハの温度が

決定される。総水素流量を 135 sccm 以下にした場合にはガスによる冷却 (Q_{Flow}) が著しく小さくなり、無視できる程度になると考えられる。

この条件において得られたシリコン薄膜の表面が鏡面であったことから、ガス流量を著しく節約できる可能性がある。

7.4 結言

本章では、これまでの研究を基に、シリコンウエハの温度に影響する要因を考察し、装置内の熱移動について検討した。特に、総水素ガス流量と基板の温度について検討した。水素ガス流量を 35~185 sccm に変化させた場合の基板支持台下側の温度の変化を測定した。総水素ガス流量を一定値以下に減少しても、温度が変化しなかった。その原因は、ガス流れの冷却効果が無視できる程度に小さくなるためと考えられた。冷却効果が無視できる程度にまでガス流量を削減しても成膜が可能であり、著しく省エネルギー・省資源の CVD 装置が実現され得ることが把握された。

第八章 まとめと今後の展開

8.1 まとめ

Fig.8-1 は、本研究で把握した成長条件を示す。

Parameters	Value
Substrate	12.5 mm diameter silicon wafer
Gas flow	Vertical (from top to bottom)
Pressure	Atmospheric pressure
Precursor	Trichlorosilane (SiHCl ₃)
Hydrogen gas flow rate	Less than 200 sccm
Trichlorosilane gas flow rate	20 sccm
Chlorine trifluoride gas flow rate (Reactor cleaning)	50 sccm in 1000 sccm in N ₂
Heating module	Concentrated infrared light(Three halogen lamps) Slim and thin reflector
Electric power	55 - 65 V, less than 1500 W
Substrate surface cleaning	Near 1000 °C in H ₂ within 1 min
Deposition time	1 - 8 min
Substrate temperature	800 - 1000 °C
Substrate rotation	4 rpm
Susceptor	Silicon carbide plate
Footprint	30 × 45 cm

Fig.8-1 本研究で把握した成長条件

本研究では、小さなシリコンウエハを用いた半導体生産システム、ミニマル・ファブに用いるための化学気相堆積 (CVD) 装置の開発を行った。我々は、ハーフィンチシリコンウエハを用いた薄膜化学気相堆積 (CVD) 装置を設計製作し、高速で均一な省電力成長プロセス条件を開発することを研究の目的とした。

1、総ガス流量を減少することにより生じる効果について考察した。総ガス流量を減らしたことにより、基板下側の温度が上昇することが把握された。この条件において壁面に堆積しなかったことから、クリーニング不要なプロセスも可能であることも把握された。

2、本研究に用いた二種類の反射鏡の構造を比較し、それによりシリコンエピタキシャル成長工程に生じる効果を検討した。肉厚型に比較して、肉薄型反射鏡を用いた方が基板温度の昇降温が速くなり、素早く定常状態になり易いことが把握された。肉薄型反射鏡を採用することにより、高速プロセスが実現される可能性が示された。

3、肉薄型反射鏡を用いた CVD 装置において膜厚分布を均一化する方法について検討した。低速の基板回転 (4 rpm) と SiC サセプタの使用により、膜厚分布が対称で均一になることが把握された。同時に、薄膜表面が鏡面になり易いことが把握された。

4、成膜温度を高温にした場合においてもシリコンエピタキシャル膜の表面を

鏡面にすることを目的として、石英反応容器の外側に送風装置を設置して効果を確認した。送風装置を用いていない場合には膜表面が白濁し易いが、送風装置を用いると膜表面が鏡面に維持され易いことが分かった。送風冷却により石英反応容器壁面が冷却されることに起因して、自然対流が抑制されると共に気相反応が抑制され、化学反応がウエハ表面のみにおいて進行し易くなるために膜の表面が鏡面になると考えられた。

5、シリコン基板の温度に影響する要因を把握するため、基板支持台下側で測定した温度と水素ガス流量などの関係を基に、反応装置内の熱収支について検討した。

反応装置内の熱収支に着目すると、赤外線ランプからシリコン基板に届く赤外線による熱流束によりシリコン基板が加熱されると同時に、ガスによる冷却などが生じ、それらの釣り合いによりシリコンウエハの温度が決定される。これを基に、水素ガス流量を変化させた場合の基板支持台下側の温度の変化を測定した。総水素ガス流量を減少することにより、基板支持台下側の温度が上昇したことがわかった。更に、総水素ガス流量を減少しても、シリコンウエハ温度が維持された。以上から、ガスによる冷却効果が無視できる程度にまでガス流量を削減しても成膜が可能であり、著しく省エネルギー・省資源の CVD 装置が実現され得ることが把握された。

以上で、極めて小さな CVD 装置を開発する過程において、総ガス流量を削減すること、反射鏡を薄肉型にすることが高速化・高温化の要因となること、基板回転と高熱伝導率サセプタおよび壁面冷却の導入が膜厚均一化と鏡面化の要因として働くことが把握された。ガスによる基板冷却効果が無視し得る程度まで総ガス流量を削減した場合にも鏡面を有する薄膜が得られたことから、省エネルギー・省資源の CVD 装置が実現される可能性が高いことが分かった。

Fig.8-2 に示すように、ミニマル構想における成長条件とメガファブにおける成長条件を比較した。

	Minimal CVD reactor	Ordinary CVD reactor
Wafer diameter	12.5 mm, single wafer	150, 200, 300 and 450 (?) mm, Multi (batch) and single wafer
Total gas flow rate	< 0.2 slm	>100 slm
Growth rate	Near 1 mm/min	1- 8 mm/min
Pressure	1 atm (or reduced pressure)	1 atm or reduced pressure
Precursor	SiHCl ₃	SiHCl ₃ , SiH ₂ Cl ₂ , SiH ₄ , ...
Reactor cleaning	ClF ₃ gas at higher than RT	HCl gas near 1200 °C
Gas flow	Natural convection, Vertical (downward)	Forced flow, Vertical (downward), horizontal, cylinder, pancake, ...
Heating method	Concentrated light by lamp heating	Lamp, resistant and inductive heating
Electric power	<1,500 W	>100,000 W
Footprint	0.3 x 0.45 m ²	Several x Several m ²
Throughput	Several tens wafers / min (Target)	Several wafers / min
Reactor price	> \$30,000 (Target)	> \$3,000,000

Fig.8-2 ミニマル構想とメガファブの比較

小さなウエハを用いて、小型 CVD 装置における成長プロセスで、省資源、省エネルギー、省投資、高性能化が可能となることがわかる。

8.2 今後の方針

小さなシリコンウエハを用いた半導体生産システム、ミニマル・ファブに用いるための化学気相堆積 (CVD) 装置や成長プロセスにおける課題は、次の通りである。

1、ガス流量を極めて減少して成膜できる条件。

ミニマル・ファブに用いるために、エネルギー消費量の低減が大きな目的とした。以上の研究結果により、ガス流量を極めて減少させても成膜できる条件を検討することが必要である。

2、SiC サセプタの枚数により成膜厚さに与える効果。

第五章では、SiC サセプタ三枚を使用したことにより生じる効果について述べた。研究する際に、SiC サセプタを 1~3 まで使用することを試した。その結果、SiC サセプタを 3 枚使用した場合には、エピタキシャル成長膜厚が均一になった。しかし、SiC サセプタを 1 枚、2 枚を使用する場合には、他の成膜パラメータ(成膜電圧、ガス流量)を変更して調べた結果が不足であり、それについての検討も必要である。

3、基板回転数により生じる効果

以上の研究により、基板回転数を 4 rpm として膜厚分布に与える効果について考察した。基板回転数を 4 rpm より大きくすることにより、基板支持台下側の測定温度、装置内のガス流れ方向、エピタキシャル成長した膜厚、さらに、成膜した表面の形態に影響を与えると推定され、それについての検証が必要であり。

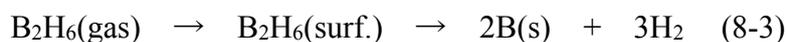
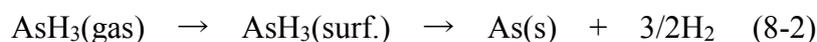
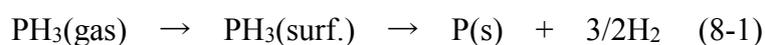
4、ドーピング

CVD 法によるシリコンエピタキシャル成長の最適化条件を検討した後、ドーピング技術の開発も不可欠である。ドーピング (doping) 技術が、結晶の物性を変化させるために必要である。これは、少量の不純物を添加することであり、

それにより電子や正孔（キャリア）の濃度、バンド構造や物理的特性などを様々に制御するために用いドーパントガスを混入して行う方法が一般的である。

現在シリコンエピタキシャル成長用として工業的に使用されるドーピング用ガスとして N 型ドーパントではホスフィン (PH₃)、アルシン (AsH₃)、P 型ドーパントではジボラン (B₂H₆) が使われている。これらのガスは、数 ppm~数百 ppm の濃度に希釈してボンベに入れられている。通常は水素で 10~1000 倍に希釈したものをを用いる。

ドーパントがエピタキシャル成長層に取り込まれる際の反応は下の式に模式的に示される。



ドーパントガスはガス中を拡散してエピタキシャル成長表面に到達し、熱分解をした後にエピ成長層に取り込まれる。

Fig.8-3 は、ホウ素ドーピングにおける化学反応過程を示す。

Name	Phosphine	Arsine	Diborane
Molecular formular	PH ₃	AsH ₃	B ₂ H ₆
Flammable limits	1.6 ~ 98%	5.1 ~ 68%	0.8 ~ 93%
Ignition temp.		225 °C	37.8 ~ 51.1 °C
Smell	Garlicky	Garlicky	Unpleasant
Permissible limits	0.3 ppm	0.05 ppm	0.1 ppm

一方で、比較的安全なガスとして、塩化ホウ素や塩化リンを用いて新たなドーピング技術を開発することが望まれる。

例として、塩化ホウ素の物理特性を以下の Fig.8-4 に示す。不燃性であることや許容濃度を規定不要であるなど安全性の高い性質であることから、ドーパントガスとして、特に、ミニマル・ファブの基本思想に従って柔軟に生産装置構成を組み替えるため有効であると期待されている。

Gas	BCl ₃	Boron Trichloride	三塩化ホウ素					
CAS No.	10294-34-5	国連番号	1741					
可燃性	自燃性	不燃性	支燃性	毒性	腐食性	爆発性	窒息性	禁水性
								
化学式	BCl ₃		蒸気圧	0.1013(12.5℃)	MPa			
分子量	117.17		引火点	なし	℃			
外観	無色・干草臭の液体		発火点	なし	℃			
ガス比重	4.12(0℃, 0.1MPa, Air=1)		蒸発熱	5.69(12.5℃)	kcal/mol			
ガス密度	4.95(15℃, 0.1MPa)	kg/m ³	比熱	15.0	cal/mol·K			
液密度	1.434(0℃, 0.1MPa)	kg/L	燃焼範囲	不燃性	vol %			
融点	-107	℃	許容濃度	規定なし				
沸点	12.5	℃	注記					

Fig.8-4 塩化ホウ素の物理特性

今後の展開においては、今までのシリコンエピタキシャル成長条件を最適化し、三塩化ホウ素などの安全なガスを用いるドーピング条件を探し、省エネルギー・素早いプロセスを開発し、ミニマル・ファブ構想に対して適切なエピタキシャル成長プロセスや装置を開発することが必要である。

謝辞

本論文を結ぶにあたり、多くの方々のご指導、ご鞭撻を頂いて、ここに本論文をまとめることができましたことを深く感謝致します。

本研究を進めるにあたり、素晴らしい研究環境を与えて頂くとともに、ご親切なご教示と卓越したご指導を頂き、本論文の御査読を賜りました羽深等教授(横浜国立大学大学院 工学府)に誠意を表わすとともに厚く御礼申し上げます。

また、本論文の作成にあたり、ご指導、ご高配を賜りました上ノ山周教授、奥山邦人教授、高橋宏治教授、相原雅彦講師(横浜国立大学大学院工学府)に深く感謝の意を表します。

本研究を遂行するにあたり、終始、深いご指導とご支援を頂きました産業総合研究所 ミニマルファブ技術研究組合 原史朗様、石田夕起様、池田伸一様、三ヶ原孝則様に深く感謝致します。

また、研究室生活を通して、いつも温かく受け入れて下さり、支えなったださいました羽深研究室の修士 2 年 宮崎賢都様、塩田耕平様、修士 1 年 山田彩未様、奥山将吾様、周一帆様、学部 4 年 松尾美弥様、倉島圭佑様、渡部亨様、マイホンミン様に深く感謝致します。さらに、修士の二年間の研究室生活を支えてくれた卒業生 大橋新太郎様、福元裕介様、津地雅希様、矢島大里様、桜井あゆみ様、田中佑里恵様、小野伸賢様、水野浩補様、松田仁美様、松井美沙子様、

齋藤あゆ美様、廣岡亜純様、中込健様に深く感謝致します。

最後に、今日に至るまでの学生生活を様々な面から支えていただいた、父母に心から感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 今井正人, 多結晶シリコン概論, シリコンの科学, p.17 , リアライズ理工センター(1996)
- 2) 前田和夫, VLSI プロセス装置ハンドブック, 工業調査会, (1990)
- 3) 喜屋武敏明, エピタキシャルウエハの将来動向, シリコンの科学, p.437-439 , リアライズ理工センター(1996)
- 4) S. Khumpuang et al., IEEJ Trans. sensors and micromachines, 133 (2013) 272-277.
- 5) 21 世紀型生産システムレポート, ファブシステム研究会, (2008)
- 6) 並木武史, 横浜国立大学工学部 平成 21 年度卒業論文、(2010)
- 7) Ning Li, Hitoshi Habuka, Shin-ichi Ikeda and Shiro Hara, “Silicon chemical vapor deposition process using a half-inch silicon wafer for Minimal Manufacturing System”, Physics Procedia, 46C, 230-238 (2013).
- 8) Ning Li, Hitoshi Habuka, Shin-Ichi Ikeda, Yuuki Ishida and Shiro Hara, “Practical Thermal Condition of Silicon CVD Reactor for Minimal Manufacturing”, Proceedings of the Forum on the Science and Technology of Silicon Materials 2014 (Hamamatsu), pp.

219-221, (PT10-1), Hamamatsu Japan, (Oct 19-22, 2014).

9) 山田彩未, 横浜国立大学工学部 平成 27 年度卒業論文、(2016)

10) 河東田 隆, 半導体エピタキシー技術, 産業図書(1982)

11) H. Habuka, T. Nagoya, M. Mayusumi, M. Katayama, M. Shimada and K.

Okuyama, "Model on Transport Phenomena and Epitaxial Growth of Silicon Thin Film in $\text{SiHCl}_3\text{-H}_2$ System under Atmospheric Pressure", J. Cryst. Growth, 169, 61-72 (1996).

12) 李寧, 横浜国立大学大学院工学府 平成 25 年度修士論文

13) Ning Li, Hitoshi Habuka, Shin-Ichi Ikeda, Yuuki Ishida and Shiro Hara,

“Practical Thermal Condition of Silicon CVD Reactor for Minimal Manufacturing”, 2014 International Conference on Materials Science and Energy Engineering, Sanya, Hainan, China, (Dec. 12-14, 2014). Industrial Engineering, Machine Design and Automation (IEMDA 2014) & Computer Science and Application (CCSA 2014): pp. 393-400.

14) T. G. Gibian and D. S. Mckinney. J. Am. Chem. Soc, 73(1951)1431.

15) ウシオ電機、ハロゲンヒータ技術資料

16) B. D. Foster and R. E. Tressler : Solid State Technology, Dec.42 (1984)

17) Ning Li, Hitoshi Habuka, Yuuki Ishida , Shin-ichi Ikeda and Shiro Hara, Reflector

Influence on Rapid Heating of Minimal Manufacturing Chemical Vapor Deposition
Reactor, ECS Journal of Solid State Science and Technology, 5 (5) P280-P284
(2016).DOI: 10.1149/2.0251605jss