

シリコンエピタキシャル成長で発見し学んだ製造技術

株式会社フィルテック 古村雄二

Production Technology Found and Learned through Silicon Epitaxy

Philtech Inc. Yuji Furumura

E-mail : furumurayu2@philtech.co.jp

Key words: Silicon Carbide Heteroepitaxy , Off-axial Substrate , オフ基板,
Off-angle Substrate, Step-controlled, Super Steam Cleaning

概要

富士通株式会社に 1979 年に入社して 2001 年に退職するまで、半導体のプロセス開発に従事した。1980 年代はバイポーラトランジスタの性能がコンピューターの CPU の高速性能を支配する時代であった。その性能を決めるのがシリコンのエピタキシャル膜成長技術であったので、製造装置の開発がデバイスメーカーの中で行われる時代だった。チップ歩留まりはエピタキシャル膜の欠陥に依存し、欠陥は基板結晶と表面状態を敏感に表現した。当時、基板結晶の問題を抱えていたので、高歩留まりで製造するためには、結晶自身の欠陥低減や基板表面技術、エピタキシャル量産装置の開発が必要だった。開発の過程で基板 Cleaning に使う洗浄水中のバクテリアが欠陥原因であることを発見した。この発見と問題対策が<1 1 1>傾斜軸のシリコン基板(オフ基板)上のシリコンカーバイド膜の結晶成長技術につながった。バクテリア汚染と Cleaning で学んだ製造技術のエピソードを紹介する。

1. エピタキシャル膜の欠陥原因の思いがけない発見

高速 CPU の実現のために、キャリアのコレクタ層走行時間を短くすることが設計上の要求だった。高濃度 As 埋め込みコレクタ埋没層が形成された基板上にシリコンエピタキシャル膜を 1 μm 程度の薄さで成長させたとき、As のオートドーピングがあり、実効的なコレクタ層が薄くなり耐圧性能不足の問題があった。解決のために常圧から低圧成長に、また高温から低温成長に成長条件を変えた製造装置を社内で開発していた。しかし、低圧にするほど、低温にするほど、エピタキシャル成長層の欠陥が桁違いに増えた。

欠陥原因の発見と対策に数年の試行錯誤があった。開発装置はバッチ処理装置であったので、一バッチ成長で 1 6 枚の 4 インチ基板を使用、1 日数バッチの実験と測定を行うと、工夫しても使用する基板の枚数が膨大だった。膨大さのために基板の作製と洗浄も工場の数種類の装置を使用した。この数種類の洗浄装置の存在が、欠陥原因の発見につながった。洗浄の水に含まれるバクテリアの濃度に装置差があり、欠陥密度は洗浄装置依存であることを発見した。バクテリア除去能力の高いウルトラフィルターを備えた洗浄装置が欠陥濃

度を桁違いに低くさせた。課題は、洗浄装置に依存することなく、どんなにバクテリア汚染された基板でも仕様を満たす欠陥数のシリコンエピタキシャル膜製造の量産装置を開発することに移った。

2. バクテリアとエピタキシャル欠陥

洗浄後の基板表面には汚染物質としてバクテリアがあった。成長のプログラムを開始すると最初に水素中の基板加熱工程がある。この工程の室温から800°Cに至る時間の中でバクテリア死骸が基板表面から除去される。常圧の装置では水素と水分の分圧が高い。高温のチャンバーの中では過熱水蒸気 (Super Steam) が発生し過熱水蒸気はバクテリアを気化させる。高い分圧の水素もバクテリアを気化して基板表面を清浄にする (基板 Cleaning)。従来から製造に使用していた常圧の装置は古い装置ではあったが、バクテリアの除去という意味では自然に基板 Cleaning 効果の高い装置であった。このことに気が付いたのは、低圧・低温の高気密の成長装置のエピタキシャル膜の欠陥が増える問題に直面したからであった。

バクテリア汚染の基板を用いて低温低圧装置でエピタキシャル成長させると欠陥密度が増えたのは水素の流量が少なく常圧装置よりも水素分圧が低いことに原因があると推定した。温度を上昇させる前に、チャンバー内の大気を排気して、水素パージできたので水分がないことも原因と推定した。水分のない水素の流れの中で、基板加熱の工程を開始したので過熱水蒸気の発生がなかった。過熱水蒸気の発生がなく、かつ、相対的に水素分圧が低い条件で温度上昇させると表面の汚染物質は十分に気化できない。気化しなかったバクテリア死骸を構成するカーボンはシリコン基板表面を高温で局所炭化してシリコンカーバイド (SiC) を作る。この異物 SiC は Si エピタキシャルでは膜欠陥の出発点になる。汚染された基板でも、異物 SiC を作らせない対策が汚染に強い量産装置の開発課題だった。まず、水素分圧を高くする対策を行った。高速で大流量水素を流せるようにポンプ排気容量を増加させた。次の対策は水の導入による過熱水蒸気の発生だった。しかし、水の導入は、当時は、適当なクリーン部品が無くてできなかった。ただ、過熱水蒸気の本菌除去効果を確認する実験は必要だった。そのため、水素を流しながら、同時に酸素を導入して強制的に過熱水蒸気を発生させる方法を用いた。エピタキシャル欠陥の密度は導入した酸素流量に応じて 1/100 以下まで減少した。流量の関係でそれ以上は危険であったのでやめた。また事故の可能性を製造現場に持ち込めないので、酸素導入の技術は製造技術としては採用しなかった。現実的な対応としては水素流量を増加させる、バクテリア汚染をさせない洗浄装置を指定して使用する、という製造現場の設備の範囲で可能な対応策を取った。もし、設備の改良や追加が許されるなら、基板表面を過熱水蒸気で Cleaning するのが直接的な製造技術になる。今では、気体として過熱水蒸気を定量的に導入する部品があるので、安全に対策することは簡単にできる。

3. バクテリア汚染と Off-axial Substrate Silicon Carbide Heteroepitaxy

エピタキシャル膜欠陥の発生原因の発見により、どのくらいのバクテリア汚染で欠陥が発生するのかを調べることに興味をわいた。バクテリアと違うがプロパンガス C_3H_8 をシリコンエピタキシャル膜成長の前に導入してシリコン基板表面を炭素で局所汚染(炭化)させ異物 SiC を生成させることを試みた。その上にシリコンエピタキシャル膜を成長させて、欠陥の数を数えて汚染を定量しようと試みた。エピタキシャル装置は 10,000 (1/分) の排気ポンプを備え、水素キャリアーを 7 SLM の流量で導入し 200 Pa の圧力に制御できる低圧エピタキシャル社内製量産装置であった。基板を両面にセットした SiC 被覆の円盤状の炭素サセプタを 8 KHz 誘導加熱で 1000°C に加熱した。サセプタは石英管の軸に沿って 16 枚並べてセットし、バッチ成長させた。

基板としては $\langle 211 \rangle$ 方向に 4 度傾けた (111) シリコンオフ基板(off-axial substrate) を用いた。この off-axial substrate を用いる目的は、1) 平滑な表面のエピタキシャル膜を得るため、2) 埋没コレクタ層パタンのへこみが平滑になり消失するのを防ぐため、3) パタンがエピタキシャル膜の成長とともに横方向にシフトするのを防ぐため、であった。このオフ基板の技術は当時の工場ノウハウだった。後に表れるステップ制御(Step-controlled) という用語や、傾斜させない (111) 正基板(normal-, just-substrate) は工場に無かった。

シリコンの原料ガスとしてはトリクロロシラン $SiHCl_3$ を用いていた。まず、 C_3H_8 を水素キャリアーとともに導入して、カーボンで表面を制御して炭化し汚染させることを試みた。この試験で、 C_3H_8 が一方的にガス相から分解してシリコン基板の上にカーボン膜が成長することは起きないことを確認した。表面は炭化されていた。この炭化された基板を用いて、 $SiHCl_3$ と水素キャリアーを導入して装置の標準条件のシリコン膜成長を試みた。この試験でシリコン膜成長が起きないことを確認した。表面が炭化され SiC 層が形成されている Si 基板には、カーボン膜の単独成長もシリコン膜の単独成長も起きなかった。

しかし、 $SiHCl_3$ と C_3H_8 の原料ガスを水素キャリアーとともに同時に導入すると鏡面 SiC 膜が連続して成長した。原料ガスの流量比を一定範囲で変化させてもストイキオメトリーと鏡面が維持された。即ち、 SiC 膜以外のカーボン単体やシリコン単体の成長が起きない。このことが、安定に SiC 膜を成長させるのに作用した。この研究は 1985 年に特許出願¹⁾ し、1986 年に電子通信学会誌 C²⁾ に投稿した(1987 年にその英語翻訳版³⁾ が公開された)。また時間が経過していたが考察を補強して研究を英語で伝えるため 1988 年に Journal of Electrochemical Society⁴⁾ に報告した。参考のため以下にデータの一部を転載しておく。全体的内容は、各参考文献を参照してもらいたい。

参考文献

- 1) 土岐雅彦、三重野文健、古村雄二、「 β - SiC のエピタキシャル成長方法」 特許出願日 1985 年 12 月 27 日、特願昭 60(1985)-298071、特公昭 62-1555125。

- 2) Y. Furumura, M. Doki, F. Mieno, and M. Maeda: "Characteristics of β -SiC Films Grown from a $\text{SiHCl}_3\text{-C}_3\text{H}_8\text{-H}_2$ System", Denshi Tsushin Gakkai Ronbunshi, Vol.69-C, No.6; pp.705~714 (1986).
- 3) Y. Furumura, M. Doki, F. Mieno, and M. Maeda: "Characteristics of β -SiC Films Grown from a $\text{SiHCl}_3\text{-C}_3\text{H}_8\text{-H}_2$ System", Electronics and Communications in Japan Part2 Vol.70, No.5 (1987).
- 4) Y. Furumura, M. Doki, F. Mieno, T. Eshita, T. Suzuki, and M. Maeda: "Heteroepitaxial β -SiC on Si", Journal of the Electrochemical Society, Vol.135, No.5, 1255 (1988).

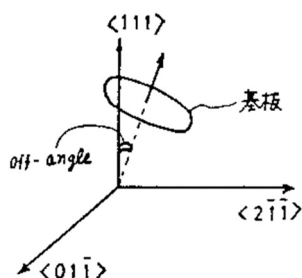


図1 β -SiC/Siヘテロエピタキシャル膜成長に用いた傾斜シリコン基板面方位 (特願昭 60(1985)-298071 の図1の転載)。<211>方向に4度傾けた傾斜(111)基板 (Off-angle substrate) を使用した。

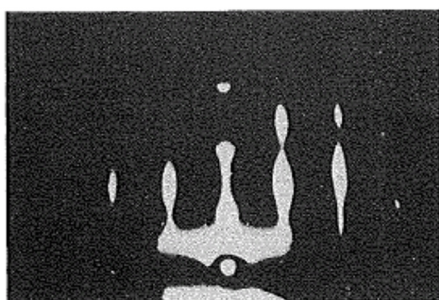


図3 Denshi Tsushin Gakkai Ronbunshi, Vol.69-C, No.6; pp.705~714(1986); Electronics and Communications in Japan Part2 Vol.70, No.5 (1987)の Fig.13 の転載。RHEED ストリークパターンが SiC 膜表面の平滑さを示す。

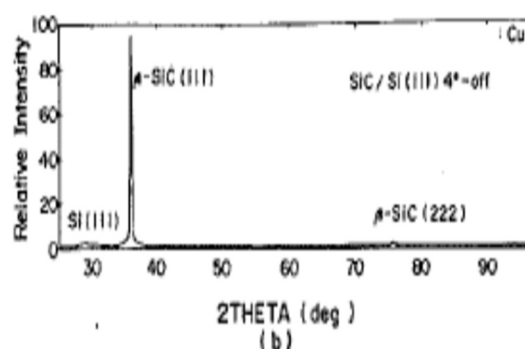


図2 Denshi Tsushin Gakkai Ronbunshi, Vol.69-C, No.6; pp.705~714(1986); Electronics and Communications in Japan Part2 Vol.70, No.5(1987)の Fig.11(b)の転載。 β -SiCの(111)回折ピークのみ観測した。

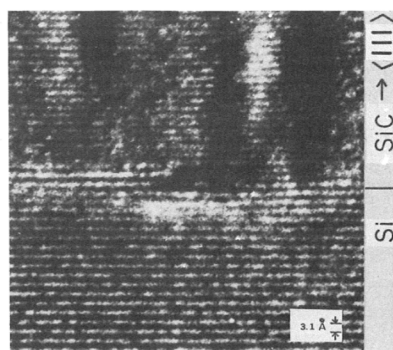


図4 Journal of the Electrochemical Society, Vol.135, No.5, 1255(1988)の Fig.8の転載。Siの<111>軸方向にSiC層が接続された界面の断面TEM格子像。