

ポリシリコン膜付きウェハのゲッターリング特性

Gettering Properties of Silicon Wafer Covered by Polysilicon

石坂 和 紀^{*⁽¹⁾} 田中 治 樹^{*⁽²⁾} 中 静 恒 夫^{*⁽¹⁾}
Kazunori ISHISAKA Haruki TANAKA Tuneso NAKASHIZU

抄 録

代表的ゲッターリング法であるポリシリコン膜堆積法のゲッターリング特性を総合的に評価した。その結果、ポリシリコン膜付きウェハは拡散の速い Cu に対しては高いゲッターリング能力を有するが、拡散の遅い Fe に対しては External Gettering 材に共通してゲッターリング能力が弱いことが明らかになった。高温強度はサンドブラスト処理ウェハよりも高く、ゲッターリング処理無しウェハと同程度の強度である。ポリシリコン膜堆積による酸素析出効果ではポリシリコン膜自身が酸素析出を促進させる。

Abstract

As a result of the comprehensive evaluation of the gettering properties of the silicon wafer covered by polysilicon, it was found that the gettering efficiency of this wafer is high for copper with greater diffusivity but low for iron with smaller diffusivity. This low gettering efficiency for iron is common to all external gettering wafers. The mechanical strength of this silicon wafer is higher than that of sand-blasted gettering wafer and similar to that of non-gettering wafer. The density of oxygen precipitates in this wafer after heat treatment is enhanced by the polysilicon layer itself.

1. はじめに

半導体デバイスの高集積化に伴い、デバイス製造プロセスでは高いクリーン度が求められるが、意図せず混入する汚染もある。これに対して、意図的にデバイス活性領域外のウェハ内部や裏面に重金属汚染元素を集めるサイトを形成することにより、表面のデバイス活性領域のクリーン度を保つ方法が用いられている。これをゲッターリング法という。

ゲッターリング法には、ウェハ内部にゲッターリングサイトを形成する IG 法 (Internal Gettering) とウェハ裏面にゲッターリングサイトを形成する EG 法 (External Gettering) がある¹⁾。IG 法は、CZ シリコンウェハ中に過飽和に存在する酸素を、制御された熱処理を通して内部にのみ析出させる方法である。EG 法は、欠陥を導入する方法により分類され、サンドブラスト法、ポリシリコン膜堆積法、レーザー法、イオン注入法、りん拡散法が知られている。

これらのゲッターリング法はそれぞれ長所、短所を有するが、以下のことを総合的に満足する必要がある。ゲッターリング能力としては、高いゲッターリング能力を CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) 等の高温熱処理を通して持続すること、副作用としては、ゲッターリング処理による汚染やパーティクルの発生が少ないこと、反りが少ないことが求められる。ポリシリコン膜堆積法は、ウェハ裏面にポリシリコン膜を堆積させる方法で、ゲッターリングサイトが結晶粒界であることから、ゲッターリングサイトが高密度かつ CMOS 等の高温熱処理後も容易に消滅しないことが推察される。

又、ポリシリコン膜の形成は、半導体デバイス工程で用いられるシランの熱分解反応を利用した減圧 CVD (Chemical Vapor Deposition) 法を用いることによりクリーンに行うことができる。

これより、本報告では、上記の条件に対して最も優れていると思われるポリシリコン膜付きウェハのゲッターリング特性についてサンドブラスト法やゲッターリング能力の高い IG 法と比較しながら以下に述べる。

2. ポリシリコン膜付きゲッターリングウェハの製作、結晶性の評価

ポリシリコン膜の形成には、代表的形成法である減圧 CVD 法を用いてシランの熱分解反応を利用した。通常、ポリシリコン膜の堆積は 600°C から 700°C の温度で行われ、結晶粒の結晶性は堆積温度により変化することが知られている²⁾。

これより、堆積温度による結晶性の変化及び CMOS 熱処理によるポリシリコン膜の構造の変化を走査型電子顕微鏡 (SEM)、透過型電子顕微鏡 (TEM)、X 線による回折強度により評価した。

ポリシリコン膜の堆積温度による結晶粒径の変化を写真 1 に示す。ポリシリコン膜の結晶粒径は堆積温度が上昇するにつれて大きくなる傾向がある。ポリシリコン膜の結晶性を X 線による回折強度により評価した結果を図 1 に示す。堆積温度により (111) ピークの回折強度に変化がみられる。しかしながら、950°C、5 時間の熱処理や CMOS 熱処理により (111) の回折強度が増加し、結晶性の差がなくなることがわかる。

^{*⁽¹⁾} 技術開発本部 エレクトロニクス研究所 半導体材料研究部

^{*⁽²⁾} ニッセツ電子㈱

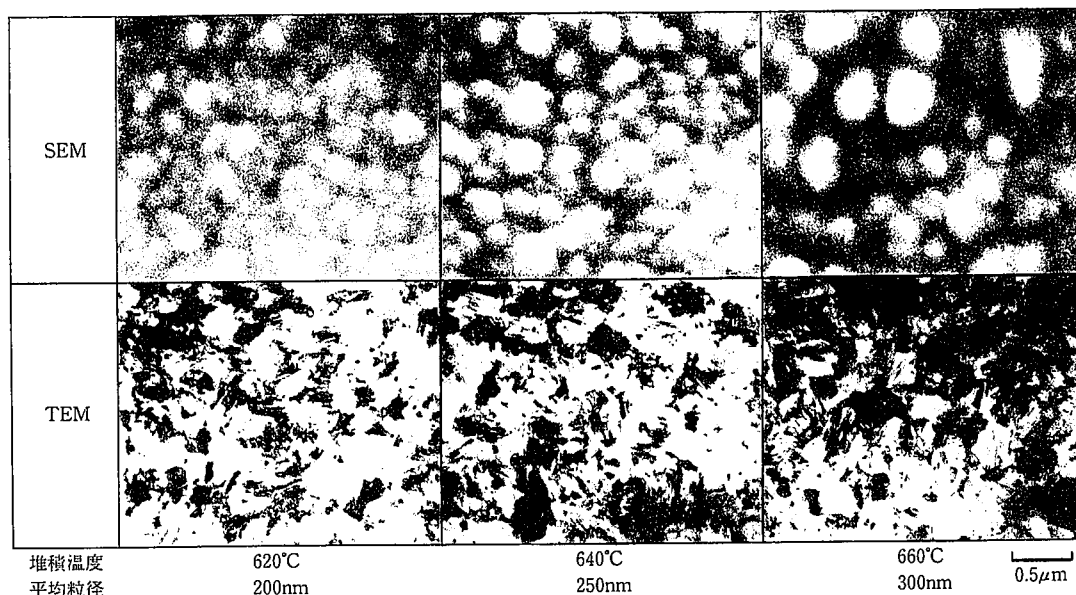


写真 1 ポリシリコン膜堆積温度と結晶粒径の関係

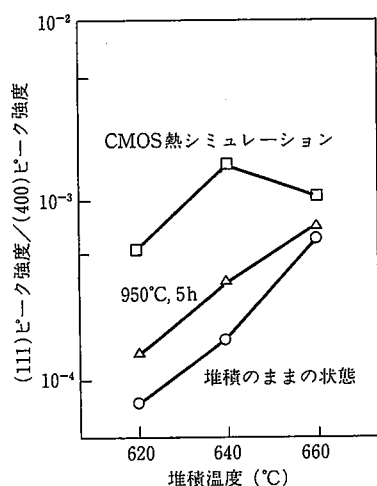


図 1 ポリシリコン膜堆積温度と(111)面回折強度及び熱処理によるその変化

透過型電子顕微鏡によるポリシリコン膜の断面観察結果を写真 2 (a)に示す。写真 2 (a)は堆積のままの状態で柱状晶の組織が観察される。又、CMOS 熱処理後のポリシリコンの粒構造の観察結果を写真 2 (b)に示す³⁾。CMOS の熱処理は代表的条件として1000°C、3 時間ウェット酸化+1200°C、7 時間窒素+800°C、2 時間窒素+1000°C、4 時間ウェット酸化にて行った。酸化性雰囲気熱処理によりポリシリコン膜が酸化され、膜厚の減少がみられる。ポリシリコン膜の膜質は堆積のままの状態で見られた柱状晶は存在せず、粗大化した結晶粒や双晶が認められる。又、基板界面からポリシリコン膜側に固相エピタキシャル成長が起こっている。

このように、ポリシリコン膜の膜質は、堆積温度よりは熱処理プロセス中に大きく変化することを注意する必要がある。これらのポリシリコン膜の膜質の変化はゲッタリング能力に影響を与えられ考えられる。

3. ゲッタリング特性

ポリシリコン膜付きウェハのゲッタリング能力を、代表的汚染重

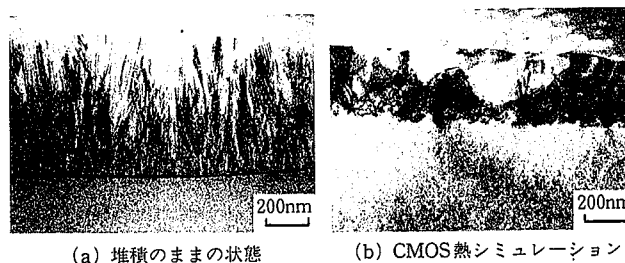


写真 2 ポリシリコン膜の断面TEM 観察結果

金属である Cu と Fe を意図的に汚染して評価した。重金属の汚染は重金属を含む溶液をウェハ表面に塗布して汚染を行うスピコート法を用い、付着した汚染量の評価は原子吸光法を用いた。

3.1 Cu に対するゲッタリング効果

ポリシリコン膜付きウェハの Cu に対するゲッタリング能力とそのサイトを SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy) 法及び原子吸光法による初期汚染量に対するゲッタリングサイトからの回収量により評価した。Cu の拡散条件は1000°C、30分の熱処理で十分に内部に拡散できる。

SIMS 法により裏面のポリシリコン膜中の Cu の分布を評価した結果を図 2 に示す。ポリシリコン膜自身が Cu に対する主たるゲッタリングサイトであることがわかる。原子吸光法によるポリシリコン膜からの回収量測定結果を図 3 に示す。初期汚染量に対して75%から85%の Cu がポリシリコン膜中にゲッタリングされている。

次に、ゲッタリング能力を高感度に評価するために発生ライフタイムによりゲッタリング能力を評価した⁴⁾。用いた基板はN型 MCZ (Magnetic Field Applied Czochralski Method) 材で、抵抗は10 Ωcm、酸素濃度は 3×10^{17} atoms/cm³ である。通常の CZ ウェハよりも低酸素濃度の基板を用いたのは、熱処理プロセス中の IG 効果によるゲッタリング効果を除くためである。比較として、ゲッタリング処理を行わないウェハ、裏面にサンドブラスト処理を行ったウェハに対して同様の評価を行った。発生ライフタイムはウェハ表面に MOS ダイオードを実装し、MOS Capacitance-time 法により求めた。

MOS ダイオードの形成条件として、ゲート酸化を1000°C、25分

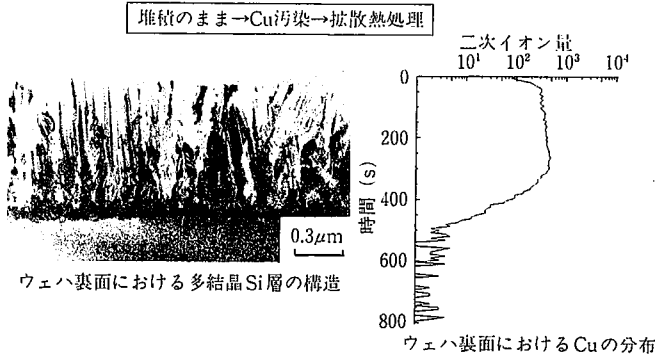


図 2 Cu汚染ポリシリコン膜のウェハ断面TEMとSIMSによるCu分析

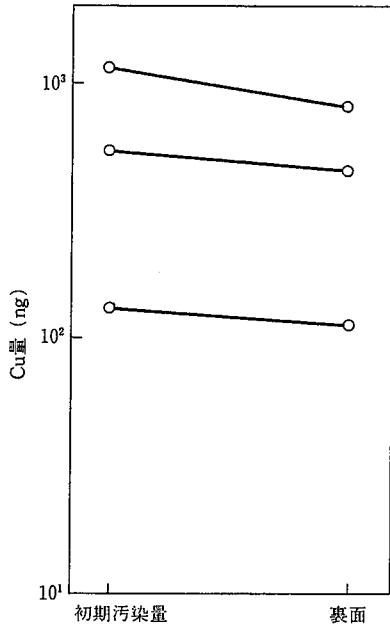


図 3 Cu汚染ポリシリコン膜付きウェハの原子吸光法による初期汚染量と表面回収量

ライ酸素雰囲気で行い、この工程でCuの表面からの内部への拡散を兼ねた。形成される酸化膜厚は280Åである。表面の初期汚染量は、 7×10^{13} atoms/cm²である。図4に各熱処理後の発生ライフタイムの評価結果を示す。黒抜きのデータは汚染を行った場合、白抜きのデータは汚染を行わない場合である。ゲッターリング処理を行わない場合はCu汚染により4桁の発生ライフタイムの低下が認められる。ポリシリコン膜付きウェハは、汚染前熱処理を行わない場合や1100°C、1時間の1段熱処理では発生ライフタイムの低下は起こらず、CMOS熱処理後に1桁程度の発生ライフタイムの低下が起こる。サンドブラスト処理ウェハの発生ライフタイムは汚染前熱処理を行わない場合や1100°C、1時間の1段熱処理では2桁程の低下であるが、CMOS熱処理後では3桁ほど低下する。

CMOS熱処理後のポリシリコン膜の構造は、写真2(b)の結果で解るように、堆積のままの状態の柱状晶による小傾角粒界の組織から、結晶粒の粗大化により大傾角粒界にかわる。この変化はゲッターリングサイト自身のゲッターリング能力の増加につながる。一方、基板界面からポリシリコン層への固相エピタキシャル成長や酸化処理に伴うポリシリコン膜の減少は、ゲッターリングサイトの減少によりゲッターリング能力の低下につながる。従って、熱処理によりポリシリコ

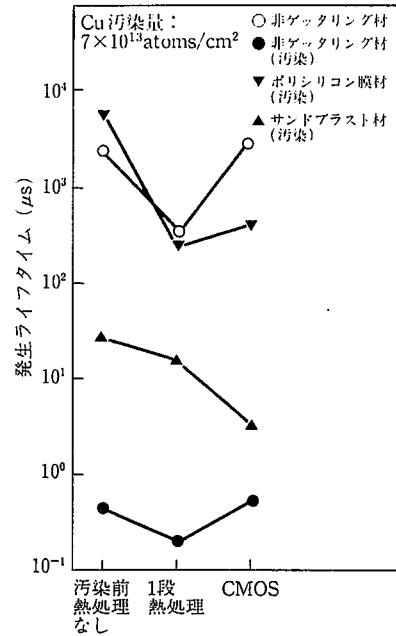


図 4 Cu汚染各種ウェハの熱処理による発生ライフタイムの変化

ン膜付きウェハのゲッターリング能力はこの相反する効果のバランスにより決まる。CMOS後のポリシリコン膜付きウェハのゲッターリング能力の低下は、ゲッターリングサイトの減少が主たる要因といえる。

写真3に表面ライトエッチングによる欠陥観察結果を示す。Cu汚染によりエッチピットが観察され、その欠陥密度と発生ライフタイムの相関は図5に示すように欠陥密度の増加に従い発生ライフタイムが低下している。発生ライフタイムの低下要因はCu汚染により生じたシリサイドや二次欠陥の転位の発生が考えられる。

このように、ポリシリコン膜付きウェハはCuに対して高いゲッターリング能力を有することが理解でき、CMOS等の熱処理を考慮したポリシリコン膜の膜厚等の最適化により、十分高いゲッターリング能力を期待できるといえる。

3.2 Feに対するゲッターリング効果

Feに対するゲッターリング効果をCuと同様に発生ライフタイムと原子吸光法による回収量により評価した。

用いたウェハはP型CZ材で、抵抗は10Ωcmである。ポリシリコン膜付きウェハの裏面ポリシリコン膜厚は1.0μmで、酸素濃度は 7.5×10^{17} atoms/cm³である。IG処理したウェハの初期酸素濃度は 9.5×10^{17} atoms/cm³で、IG処理プロセスは1100°C、10時間+650°C、

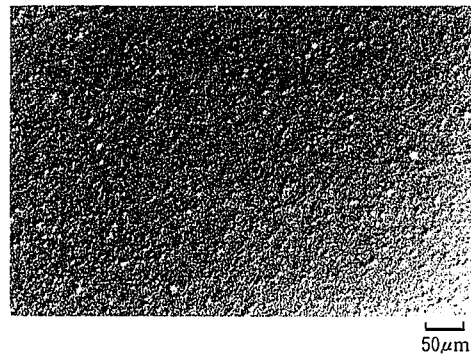


写真 3 Cu汚染ウェハの表面欠陥のエッチピット

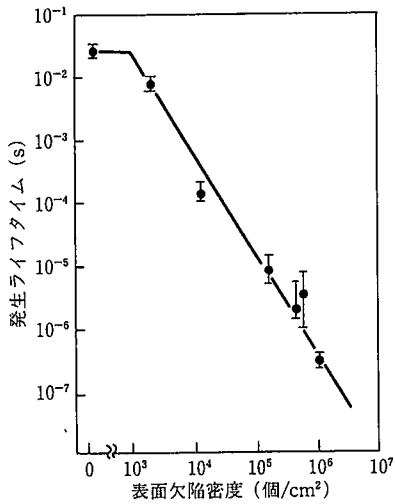


図 5 発生ライフタイムと表面結晶欠陥の関係

16時間+1000°C, 10時間の3段階プロセスで, DZ (Denuded Zone) 幅は40μmである。

MOS ダイオード製作プロセスは, FeはCuよりも拡散が遅いこと, 酸化膜中に取り込まれ易いことを考慮し, ゲート酸化工程を, 1000°C, 1時間窒素雰囲気中でFe拡散後, 連続して1000°C, 25分ドライ酸化により行った。

図6にFeの表面汚染量に対する発生ライフタイムの変化を示す。IG処理ウェハはゲッターリング効果を示すが, ポリシリコン膜付きウェハ, サンドブラスト処理ウェハではゲッターリング効果が認められない。

ポリシリコン膜付きウェハのCuとFeに対するゲッターリング能力の差を明確にするため, 徐冷処理によりゲッターリング能力を評価した。冷却条件として, 1000°C酸化後の冷却条件を3種類に分けた。条件1は1000°Cで酸化後そのまま引き出した場合, 条件2は1000°Cから800°Cまで3°C/minで冷却後800°Cから引き出した場合, 条件3は1000°Cから800°Cまで0.1°C/minで冷却後800°Cから引き出した場合である。図6の評価条件は条件2にあたる。図7に初期汚染量に対する裏面ポリシリコン膜からの回収量の冷却条件依存性の結果を示す。1000°Cで引き出した場合と3°C/minで冷却後引き出した場合ではポリシリコン膜中からはあまりFeは回収されないが, 0.1°C/minで冷却した場合は十分にFeが回収され, ゲッターリング効果が認められる。図8に0.1°C/minの徐冷条件の発生ライフタイム評価結果

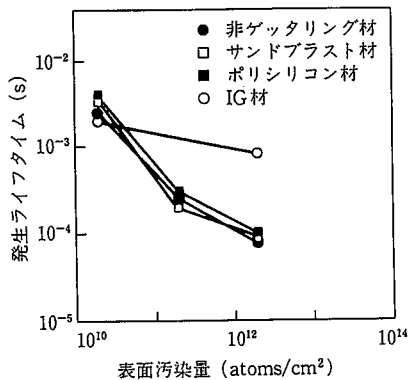


図 6 Fe汚染各種ウェハの発生ライフタイムの変化

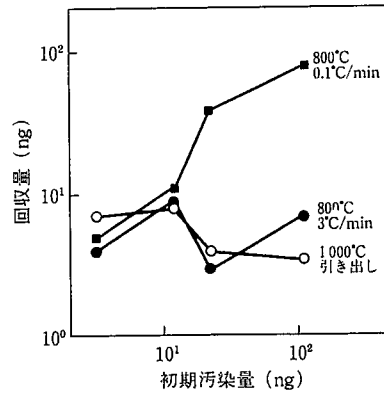


図 7 Fe汚染ポリシリコン膜付きウェハの初期汚染量と裏面回収量の冷却速度依存性

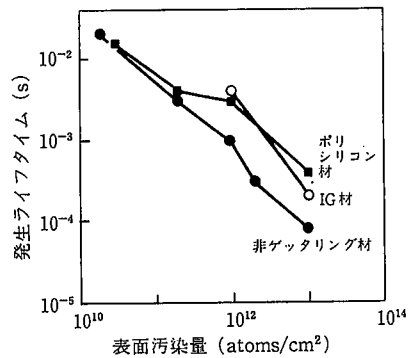


図 8 Fe汚染各種ウェハの発生ライフタイムの徐冷処理による変化

を示す。ポリシリコン膜付きウェハにもゲッターリング効果が認められる。

ポリシリコン膜付きウェハの冷却条件に対するゲッターリング効果を, 過飽和状態からの拡散距離の観点で整理してみる。100ng/ウェハの汚染量は, 内部に均一に拡散した場合 1.4×10^{14} atoms/cm³の汚染量になり, これは固溶度では950°Cにあたる⁵⁾。950°Cから800°Cまでの冷却中のFeの全拡散長は, 3°C/minでは640μm, 0.1°C/minでは3.5mmである。析出がおこるには, ある程度過飽和度が必要と考えられ, 拡散距離はこれよりも更に短いと考えられる。ウェハ厚みが650μm程度であるから, 3°C/minの冷却条件でゲッターリングが十分でないのは, 過飽和状態からの拡散距離がウェハ厚みにみたく, 十分でないと考えられる。IG処理ウェハではゲッターリングサイトまでの距離が40μmであるから, 十分にゲッターリングを行うことができる。

このようにポリシリコン膜付きウェハを含めたEG処理ウェハによるFeのゲッターリングは, 3°C/minの様な通常の冷却条件では過飽和からの不均一析出によるゲッターリングを期待した場合, 拡散律速により, ゲッターリングは期待できない。

4. ポリシリコン膜による酸素析出誘起効果

通常用いられているCZシリコンウェハでは, 650°C付近の熱処理は酸素の析出核形成を誘起する温度として知られている。ポリシリコン膜の堆積は650°Cで2時間程度の熱処理を受ける。従って, ポリシリコン膜付きウェハは酸素析出が多くなることが予想される。又,

ポリシリコン膜自身による酸素析出効果も指摘されており^{6,7)}、このような効果を明らかにするためにポリシリコン膜堆積処理による酸素析出効果を基板酸素濃度に対して評価した。

ポリシリコン膜を堆積したウェハとポリシリコン膜の堆積と同じ熱処理を行ったシリコンウェハに対して酸素析出処理(900°C, 4時間+1000°C, 16時間)を行い、初期酸素量(O_i)と酸素析出量(ΔO_i)の関係を図9に示す。酸素析出量は初期酸素量と熱処理後の酸素量の差とする。実線でポリシリコン膜の堆積熱処理を行わないときの析出量を示す。ポリシリコン膜堆積熱処理自身により析出が進むこと、又ポリシリコン膜を堆積することにより更に析出が進むことが明らかである。

図10にウェハ断面内の析出物密度分布を示す。ポリシリコン膜付きウェハの欠陥密度は初期酸素量に依らず、ウェハの裏面側すなわちポリシリコン膜堆積側の析出物密度が表面や内部よりも多くなっていることが分かる。ポリシリコン膜堆積熱処理を行ったウェハの欠陥密度分布は、表面や内部の欠陥密度がポリシリコン膜付きウェハと同じである。このことから、ポリシリコン膜の酸素析出量の増加は裏面側の欠陥密度の差であると言える。又、ポリシリコン膜自身による酸素析出誘起効果があることが分かる。そのメカニズムとしては、ポリシリコン膜が点欠陥(空孔、格子間シリコン)の生成消滅サイトとなるため酸素析出物生成反応が起こり易いためと考えられる^{6,7)}。

このように、ポリシリコン膜付きウェハはポリシリコン粒界によるゲッターリングに加えて酸素析出による複合的なゲッターリング効果が期待できる。

5. 反り挙動

ウェハのゲッターリング処理の副作用として反りの問題がある。ウェハの反りはソングラフィ時の焦点のぼけをもたらしたり、デバイス活性領域に転位が突き抜けることによるデバイス不良を発生させる。しかしながら、高いゲッターリング能力を得るためには高い結晶欠陥密度を得ることが望ましく、高い欠陥密度はウェハを反り易くする問題があり、最適なゲッターリング処理が望まれる。

ポリシリコン膜付きウェハの反りは、ポリシリコン膜堆積後は10 μm以下で変化はないが、片面を鏡面研磨し、裏面だけにポリシリコ

ン膜を残した場合で鏡面を上凹に反る。裏面ポリシリコン膜が1 μmの場合40 μm程度反る。しかしながら、ポリシリコン膜付きウェハを1000°C, 1時間程度の熱処理を行うことにより、反りは堆積を行う前の状態に回復する。これよりポリシリコン膜付きウェハの裏面ポリシリコン膜による弾性応力は熱処理により容易に回復する。

次に、ウェハの高温強度を強制反りにより評価した⁹⁾。評価法としては、通常よりも速い挿入引き出し速度により、高い熱応力を与えた。比較としてサンドブラスト材を同様に評価した。評価条件として1100°Cで150mm/min, 300mm/min, 600mm/min, 900mm/minの速度で挿入及び引き出しを行った。表1に各条件に対する反り量の変化結果を示す。サンドブラスト処理ウェハでは著しい反り量の増加が見られるが、ゲッターリング処理なしウェハ、ポリシリコン膜付きウェハでは、いずれも反り量の増加が見られず、高温強度が高いことがわかる。

このように、ポリシリコン膜付きウェハは反りによる副作用が少ないことがわかった。

6. 結 言

以上のように、ポリシリコン膜堆積法は総合的に優れたゲッターリング法と言える。問題点としてFeに対するゲッターリング能力の弱さがあげられる。これはFeのゲッターリングサイトへの拡散が律速していると考えられ、EG法全体の課題でもある。最近、りん拡散法によりFeのゲッターリングが示されており⁹⁾、より優れたポリシリコン膜付きウェハの開発のためにはそのようなメカニズムを利用することが求められる。

参 照 文 献

- サイエンスフォーラム：超LSIプロセスデータ。p.267
- Sze：VLSI Technology。p.102
- 佐賀 ほか：第50回応用物理学会学術講演会予稿集，1989，p.297
- 石坂 ほか：第37回応用物理学会学術講演会予稿集，1990，p.224
- Weber, E. R. : Appl. Phys. A30, 1 (1983)
- Hahn, S. et al. : Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 59, 353 (1986)
- Yang, K. H., Tan, T. Y. : Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 36, 223 (1985)
- 田中 ほか：第37回応用物理学会学術講演会予稿集，1990，p.227
- Nadahara, S. et al. : Proc. of 16th Intern. Conf. on Defects in Semiconductors, p.667

表 1 挿入速度と反り量の変化
(前熱処理1,100°C, 1h, 湿式酸化) (μm)

挿入速度	150mm/min	300mm/min	600mm/min	900mm/min
ゲッターリング処理なし	2	2	1	2
サンドブラスト	22	40	79	82
ポリシリコン膜	1	2	1	2

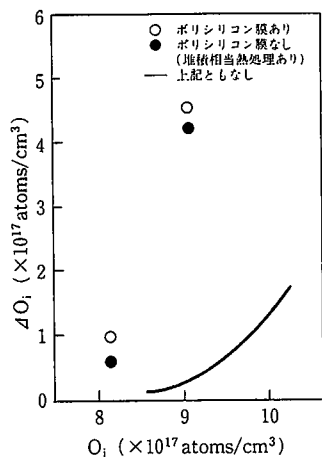


図 9 ポリシリコン膜付きウェハの酸素析出挙動

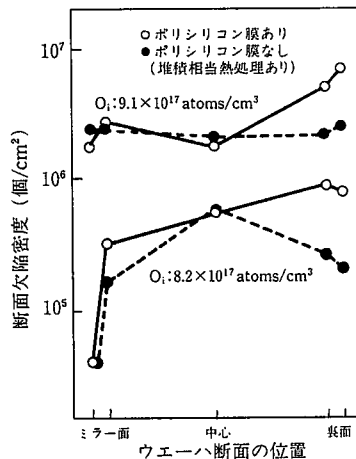


図 10 ポリシリコン膜付きウェハの酸素析出熱処理後のウェハの断面欠陥分布