超 LSI 製造における Ultra Clean Technology とインプロセス計測*

大見 忠弘**

Ultra Clean Technology and In-process Monitoring in Semiconductor Microfabrication /
Tadahi OHMI

Key words : in-process monitoring, ultra clean technology, energy clean technology, low kinetic energy particle process, wafer temperature monitoring, process gas pressure monitoring, process gas flow monitoring, process gas purity monitoring, high speed spectrometer, high sensitivity and high speed monitoring

1. ま え が き

パターンの微細化, 超高密度化, およびウエハの大口径化は必然的な技術開発の方向となっている。同時に, MOS トランジスタのゲート絶縁膜や Dynamic Random Access Memory (DRAM) 蓄積キャパシタ絶縁膜のより一層の薄層化も強力に推進されている。30~40 Å まで薄くされた酸化膜は完全に作られてさえいれば, ホットエレクトロン耐性も十分であり, 中途半端な厚さの酸化膜に比べてはるかに信頼性が高い。残るはこうした厚さの酸化膜を大口径ウエハ上にいかに均一に再現性良く作るかが問題である。

ゲート絶縁膜, 蓄積キャパシタ絶縁膜の極薄化に対して, 多層配線の層間絶縁膜は配線間容量を低減し動作速度を向上させようとするれば, むしろ厚くなる方向である。スルーホール, コンタクトホールのアスペクト比は高くなる一方である。しかも, ウエハ上のスルーホール数はきわめて多い。8 インチウエハ 16 Mbit DRAM を例にとれば, その数は優に 100 億個を越える。大口径ウエハ上にサブミクロン穴径の均一な細くて深い穴掘りとその穴埋めがプロセスの中心課題となる。

スルーホール, コンタクトホール穴あけ用エッチング及び穴埋め用成膜プロセス時のプロセスガス圧力は, ガス分子の平均自由行程を長くするために, 10^{-3} Torr 台といったように当然低ガス圧化する。排気用ボ

ンプの排気容量を実用的な値に保とうとすれば, プロセスチャンバに流れ込むガス流量は, たとえば数 cc/min~数十 cc/min といったように小流量化する。ガス流量が少なくなると, ガス供給配管系内壁及びプロセスチャンバ内壁からの水分を中心とする脱ガスによる汚染が顕在化する¹⁾。吸着ガス脱ガス量の少ない表面処理技術がきわめて重要となってくる²⁾。

一方, 大口径ウエハ上にサブミクロンのパターンを再現性よく作ろうとすれば, エッチング及び成膜のウエハ内均一性は, たとえば $\pm 0.1\%$ といったようにきわめて優れたものでなければならない。プロセスの質とともに均一性が最優先課題となる。多数枚のウエハを同時に処理するバッチ方式の装置が現状では主流であるが, 最重点課題が均一性ということになれば, 枚葉式の装置に変えて行かざるを得ない。量産を前提にすると, スループットは 60 枚/h ということになる。1 min 間に 1 枚のウエハを処理しなければならない。ウエハの出し入れと条件設定に 30 s, 成膜あるいはエッチングに 30 s といった時間の割り振りになる。高速ウエハ搬送とともに, $2 \mu\text{m}/\text{min}$ といった高速成膜, 高速エッチングが不可欠となる。

高速に物を動かせばしゅう動部から発塵する, 高速の排気をすれば気流によってゴミが舞い上がり, 残留する水分が断熱膨張により凍結する, 高速エッチングすれば発熱によりレジストが焦げるではないか等, 従来はやってはいけないタブーとされていたことにすべて挑戦して克服しない限り, 量産性のある枚葉式装置は実現されない。ほとんどすべてが短時間で処理され

* 原稿受付 昭和 63 年 3 月 14 日

** 東北大学工学部 (仙台市荒巻字青葉)

表1 Ultra Clean Technologyを支える5つの基礎技術

Environmental Clean Technology
Energy Clean Technology
Thermal Clean Technology
Vibration Clean Technology
Process Variation Clean Technology

る工程に変わって行かざるを得ない。

インプロセス用計測器に求められる性能は、まず第一に瞬時応答性ということになる。瞬時応答性を持たない計測器は、ほかにいかに優れた性能を有していても、製造ラインには不要ということにもなる。その場観察その場制御こそ技術のあるべき姿である。

2. サブミクロン ULSI プロセス技術

サブミクロン超高集積 ULSI プロセス技術が、最低限備えるべき要件は、(1) low temperature, (2) high selectivity, (3) contamination free, (4) damage free, (5) stress free, (6) complete uniformity の6項目である。

こうした要件を備えた High Quality Process Technology を実現するために、筆者らは Ultra Clean Technology を確立してきた^{3)~10)}。まだ完成には程遠いが、現段階ですでに従来の半導体プロセスの定説、常識をくつがえす成果が得られている。インプロセス計測の解説を書く前に、あえて新しいプロセス技術について触れるのは、“へボな技術でへボな物を作って、そのへボな理由を高価な評価分析器で測定して説明することが研究であるかのごとく” 錯覚しておられる方があまりにも多いように筆者には思えてならないからである。へボをへボでなくすることが研究開発のまず第一歩であるはずである。

Ultra Clean Technology は表1に示す5つの基礎技術より成り立っている。

ウエハ上へのダスト、不純物分子等のいっさいの汚染物質吸着を完全に無くするための技術が、environmental clean technology である。

ダスト付着完全除去は、その最初の第一歩である。クリーンルーム内空気は、ダストが除去され、温湿度が一定に制御されているだけのものであり、水分を中心とする不純物分子が大量に存在する。クリーンルーム内空気にウエハをさらさないことが、水分を中心とする汚染分子吸着を抑制する大原則である。プロセス反応雰囲気中に汚染分子が混入しては高品質な、ねらいすましたようなプロセスは実現されない。塩素系のガスを用いた Si-SiO₂ のリアクティブイオンエッ

図1 Si-SiO₂ 選択エッチング (a) とタングステン (W) の選択 CVD 成長 (b) の概念図

チング (RIE) と、Si 上のみへのタングステン (W) の選択 CVD (Chemical Vapor Deposition) 成長の概念図を図1に示す。図1に示されるように、プロセス雰囲気中にも、またウエハ上にも H₂O, O₂ といった汚染分子が存在しなければ、考えた通りのきわめて高い選択性が得られるはずである。しかし、実際にはウエハ上にも雰囲気中にも H₂O や O₂ が多量に存在するため、本来 Si 表面であるはずのものが、SiO₂ になってしまっている。活性分子にとっては、表面すべてが SiO₂ に覆われてしまっているわけである。Si 表面に生じる薄い SiO₂ 膜を除去するために余分なエネルギー、すなわち高い温度やイオンの大きな運動エネルギーが必要となり、高い選択性など得られるはずがない。プロセスガス (SiH₄, Si₂H₆) をクリーンにし、プロセス反応室及びウエハ表面を十分にクリーンにした CVD で、Si 上への Si の選択成長と、600°C での単結晶成長が確認されている¹¹⁾¹²⁾。

プロセスの低温化の要請から、放電プラズマプロセスが現在でも多用されている。できるだけ安定な分子を原料ガスとして使用し、プロセス開始の寸前に必要な活性種を作るためと、イオンの持つ運動エネルギーをプロセスの反応促進に役立てるためとの2つの理由から、放電プラズマは使われているはずである。しかるに、現状の装置では、プロセス反応促進に必要な活性種だけを生じさせかつ反応に必要なエネルギーにイオンの運動エネルギーをそろえるような仕掛けになっていない。複数の活性種が生じてしまうと、高エネルギーイオンまで含めてイオンの運動エネルギーの分布

図2 スパッタ Al 薄膜の熱処理依存性 (表面 Nomarski 顕微鏡写真)
上段：新技術，下段：従来技術

もきわめて広い。ダメージが生じたり，所定の膜質，界面が得られなかったり，エッチングが行えなくて当然である。

反応に寄与する活性種及びイオン（中性分子，原子も含む）の運動エネルギーを完全に制御することが当然必要である。こうした技術を総称して，Energy Clean Technology と呼んでいる^{13)~19)}。低ガス圧下でも十分効率よくイオン化を行うとともに，イオンの運動エネルギーの分布をシャープにするためには，より高い周波数の高周波電源を用いて放電させることが有効である。Ar のイオン化を 100 MHz の高周波で効率よく行い，成膜速度はターゲット電圧を直流電源で与え，ウエハ表面に照射する Ar イオンの運動エネルギー及び照射量を精密に制御することによりきわめて優れた Al^{13)~16)}，Cu¹⁷⁾¹⁸⁾²⁰⁾²¹⁾，Si¹⁹⁾²²⁾²³⁾ の薄膜が得られている。従来技術ではまったく信じられないような結果である。その代表的な特徴を以下にまとめておく。

- (1) ヒロックの生じない金属成膜（純 Al で 400°C までの N₂ 中熱処理^{14)~16)}（図 2 参照）。
- (2) as depo の状態でバルクと同じ抵抗値を示す金属成膜（純 Al で 2.75 μΩ・cm^{13)~16)}。
- (3) 低運動エネルギー Ar イオン照射によるシリコン表面前処理後の金属成膜により熱処理なしで理想的な金属半導体接触が得られる（Cu-Si コンタクト²⁰⁾²¹⁾（図 3 参照）。
- (4) 350°C で Si の単結晶エピタキシャル成長が行え，かつ不純物ドーブも行える²²⁾²³⁾（図 4 参照）。

図3 Cu-nSi (10 Ω・cm, 500 μm 厚) ショットダイオードの電流電圧特性 (Si 表面を低エネルギー Ar イオン照射によりクリーニングした Cu 成膜，熱処理なし)

- (5) ウエハに照射する Ar イオンの運動エネルギーにより，結晶方位と結晶性が制御できる（単結晶，多結晶，アモルファス）^{20)~23)}。
 - (6) ウエハ表面を低エネルギー（5~10 eV）の Ar イオンで照射することにより，表面吸着水分を除去すると薄膜の密着性が劇的に向上する。従来，密着しないと信じられていた Cu 薄膜が SiO₂ 上に強固に密着する²⁰⁾²¹⁾。
- 等々である。

スパッタ成膜技術で良好な膜質の薄膜を得るためには，最低限，次の 3 つの要件は不可欠である。

- (1) スパッタ雰囲気的清浄度。Ar 中の水分濃度少なくとも 10 ppb 以下であること（図 5 参照）。
- (2) ウエハ表面を照射する個々の Ar イオンの運動エネルギーが精密に制御されていること。
- (3) ウエハ表面を照射する Ar イオンの照射量が精密に制御されていること。

いずれにしても，所望の目的にあった精密に制御された技術が，サブミクロン ULSI プロセスには不可欠である。

比較的短波長の光照射により，Si 結晶中に電子・ホール対を発生させると，バルク中での電子・ホール再結合は少なく，Si 表面やイオン打込みによりアモルファス化した層との界面で主として電子・ホールは再結合する。再結合時に発熱が起こる。この自己整合加熱技術を用いれば，結晶表面だけあるいは単結晶・アモルファス層界面だけを局所的に加熱でき，イオン注入層の低温アニール（500°C 以下）が可能である。

lower submicron ULSI 用プロセス技術の確立を目指して，“すべてのプロセスを 500°C 以下に”の目標を立ててすでに久しいが，どうやら目標達成に手が届いた状態にある。

上段：電子線回折写真，下段：表面 Wright Etching 後の表面 SEM 写真

(100) nSi 基板温度：350°C，成膜条件は4サンプルとも同じ。図示されている電圧は、ウエハクリーニング時のウエハ電圧

図4 DC-RF 結合バイアススパッタによる単結晶 Si エピタキシー

図5 Ar スパッタ Al 薄膜表面モフォロジーの Ar 中水分濃度依存性

3. インプロセス計測

さて、将来のプロセス技術の方向は明確になった。精密に制御された技術が、当然のことではあるが要求される。しかも、装置は枚葉式が主流となってくる。瞬時応答性能を持った計測器でなければ、まったく役に立たない。

表2に、インプロセス計測として重要と考えられる項目を挙げる。可能な限りプロセスをエレクトロニックに制御しようと筆者は考えているから、少々片寄っているのではないと思う。これら全部の動向を述べる余裕はないから、代表的なものについて説明する。

イオン照射や光照射によりウエハ表面温度だけが局部的に加熱されるプロセスが多くなっている。東北大学電気通信研究所御子柴，坪内はHgCdTe pn ダイオードを用いたセンサで、ウエハ表面温度変化を室温

表2 インプロセス計測項目

プロセス環境	プラズマプロセス
ウエハ温度	プラズマ密度
ウエハ表面状態 (表面温度，吸着分子)	ウエハ電圧
プロセスガス圧力	ウエハ電流
プロセスガス流量	ターゲット電圧
プロセスガス純度 (水分)	ターゲット電流
プロセスガスフローパターン	高周波電力
	整合条件
光照射プロセス	超純水，薬品
光強度	抵抗率
窓材の透明度	TOC
ウエハ搬送	シリカ
ウエハ位置検出	全蒸発残渣
ウエハ設定位置検出	ダスト

から数百℃の範囲、数 ns の時間分解能で 0.01℃ 以下の感度で測定している。

マスフローコントローラがガス流量測定によく使われるが、筆者らのグループと(株)エステックの協力により、3 けたのダイナミックレンジ、3 けたの精度を有するマスフローコントローラが開発されている。時間応答性能は 0.3 s である。小流量用のものに対しては、水分除去を効率よく行うための大流量バージ機能も付加されている。今後、小流量のガスを制御するプロセス装置が多くなるが、ガス系の水分除去を可能にするバージ機能の意味は大きい。

プラズマプロセスのように発光を伴うプロセスの瞬時分光計測はきわめて有効である。前出の御子柴、坪内のグループでは光ファイバとラインセンサを組み合わせた瞬時分光器を開発し、発光状態を CRT 上で連続的に計測している。たとえば、3 000 Å から 10 000 Å までの広い波長範囲にわたり、1 Å ステップで発光スペクトルの瞬時連続計測が可能である。RIE によるエッチングであれば下地材料の差を反映した反応生成物の発光スペクトルの変化からエッチングの終点検出が行える。定常時の発光スペクトルを記憶させておけば、それとの比較で不純物混入等の異常検出がただちに行える。

超高感度性能に優れる上に、0.8 μs という優れた時間分解能を有する APIMS (Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometer)²⁴⁾²⁵⁾ は、今後の計測器のあるべき姿の典型例であると筆者は考えている。

質量分析器は大変感度が良くかつ瞬時応答性にも優れた測定器でありながら、ガス分子のイオン化率の低さ (0.1~0.01%) からその特長を生かし切れていなかった。その欠点を見事に克服したのが APIMS である。He, Ar, N₂, H₂ といったイオン化エネルギーの高いホストガスの大気圧コロナ放電を行い、イオン化されたホストガス分子と不純物分子との反応によりエネルギー転送を起こさせ、不純物分子をほぼ 100% イオン化させた後、質量分析するシステムである。0.01 ppb 以下の検出感度が筆者らの評価で得られている。

前述したようにサブミクロン ULSI プロセスにとって、プロセス雰囲気、プロセスガスの純度向上は最優先課題である。APIMS の評価により筆者らが開発したウルトラクレンジードのガス供給系を用いれば、水分で 1 ppb、他の不純物は 0.1 ppb 以下のきわめてクリーンなプロセスガスの供給が可能である。筆者

図6 APIMS を用いたダイナミックな超高感度ガス分析の例

らのプロセスガスモニタは、露点計 (水分計) だけである。プロセスチャンバ直前、直後を常時モニタしている。水分量監視だけで十分だとの筆者の判断である。

APIMS の特長を示唆する例を図 6 に示す²⁶⁾。横軸は時間、縦軸は水素 (H₂H⁺) とメタン (CH₄H⁺) のイオン化信号出力である。パラジウム合金膜を用いた水素純化器はほぼ理想に近い装置である。定格流量近辺で使用すれば、あらゆる不純物が 0.01 ppb 以下に純化されている。図 6 は、純化器を止めていた状態から水素を流し始めた時に、メタンが観測される様子を示している。パラジウム膜表面に若干残存するカーボンと水素ラジカルの反応によりメタンが形成されるのである。パラジウム膜の温度を下げればメタン発生量は激減する。いずれにしても、流し始めの水素は、10 min 間程度捨てる必要があることを教えている。

4. あとがき

半導体プロセスの中で、プロセスに影響するパラメータを正確に把握し、そのパラメータを瞬時応答性能を有する計測器で測定することの重要性を指摘した。まず第一に重要なことは、成膜、エッチング性能に寄与するパラメータを正確にとらえ、どの程度の精度まで制御すべきかを明確にすることである。そうでなければ、インプロセス計測システムそのものを決定できない。DC-RF 結合バイアススパッタによる無欠陥単結晶 Si エピタキシャル技術の項で、1~2 V といったわずかな電圧の差が結果を大きく左右することを明らかにした。従来のような、なりゆきで物ができていた装置では、サブミクロン ULSI には通用しない、精密制御されたプロセス装置の開発こそ、これからの最大の課題である。

参 考 文 献

- 1) 大見忠弘, 杉山和彦, 中原文夫, 奥村 毅, 菅野洋一, 津田 格: ガスに入る不純物削減は配管の放出ガス抑制がカギ, 日経マイクロデバイス (1987.11) 88.
- 2) 杉山和彦, 中原文夫, 奥村 毅, 大見忠弘, 室田淳一: アウトガスフリー耐腐食性表面処理技術, 第 6 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術 III」(1988.1) 245.
- 3) T. Ohmi: Soft and Clean Technologies for Submicron LSI, Proc. 1986 SEMI Technology Symp., (Dec. 1986) A-1-I.
- 4) T. Ohmi, N. Mikoshiba and K. Tsubouchi: Super Clean Room System -Ultra Clean Technology for Submicron LSI Fabrication, Proc. 1st Symp. on Ultra Large Scale Integration Science and Technology, Philadelphia, May 10-15, (1987).
- 5) 大見忠弘, 新田雄久監修, 半導体基盤技術研究会編: 超高純度ガス供給システム, リアライズ社 (1986).
- 6) 大見忠弘, 新田雄久監修, 半導体基板技術研究会編: 超純水・高純度薬品供給システム, リアライズ社 (1986).
- 7) 大見忠弘, 新田雄久監修, 半導体基板技術研究会編: 第 3 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「トータルクリーンシステム」東京 (1986.7).
- 8) 大見忠弘, 新田雄久, 半導体基板技術研究会編: 第 4 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術」, 東京 (1987.1).
- 9) 大見忠弘, 新田雄久, 半導体基板技術研究会編: 第 5 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術 II」, 東京 (1987.7).
- 10) 大見忠弘, 新田雄久, 半導体基板技術研究会編: 第 6 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術 III」, 東京 (1988.1).
- 11) 室田淳一, 中村直人, 加藤 学, 御子柴宣夫, 大見忠弘: 高選択性を有するウルトラクリーン CVD 技術, 第 6 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術 III」, 東京 (1988.1) 215.
- 12) 森田瑞穂, 光地哲伸, 大見忠弘, 熊谷浩洋, 伊藤雅樹: 自由分子流照射型低温高速 CVD 技術, 第 6 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術 III」, 東京 (1988.1) 229.
- 13) 清田哲司, 桑原英司, 大見忠弘, 柴田 直: イオンエネルギーを精密制御した RF バイアススパッタ, 電子通信学会技術報告, 86, 138, SSD 86-55 (1986).
- 14) 柴田 直, 桑原英司, 大見忠弘, 斎藤達之, 清田哲司: DC-RF 結合バイアススパッタ技術, 第 4 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術」(1987.1) 11.
- 15) T. Ohmi, H. Kuwabara, T. Shibata and T. Kiyota: RF-DC Coupled Mode Bias Sputtering for ULSI Metalization, Proc. 1st Int. Symp. on Ultra Large Scale Integration Science and Technology, Philadelphia, May 10-15, (1987).
- 16) 桑原英司, 大見忠弘, 柴田 直, 斎藤達之, 杉山和彦: RF-DC 結合バイアススパッタ法による Al 薄膜の形成, 電子情報通信学会技術研究報告, 87, 1, SDM 87-69 (1987).
- 17) 大見忠弘, 川崎健弘, 柴田 直, 斎藤達之, 桑原英司, 新田雄久: RF-DC 結合バイアススパッタによる Cu 薄膜の形成, 電気学会電子材料研究会 (1987.11).
- 18) 斎藤達之, 大見忠弘, 柴田 直, 桑原英司, 新田雄久: Low Kinetic Energy Particle Process による Cu 薄膜の形成, 応用物理学会応用電子物性分科会 (1988.1).
- 19) 松戸清彦, 大見忠弘, 柴田 直, 市川武史, 岩淵浩志: Low Kinetic Energy Particle Process による Si 薄膜の形成, 応用物理学会応用電子物性分科会 (1988.1).
- 20) T. Ohmi, T. Saito, T. Shibata and T. Nitta: Room Temperature Copper ULSI Metalization by Low Kinetic-energy Particle Process, to be published in Appl. Phys. Lett.
- 21) T. Ohmi, T. Saito, T. Shibata and T. Nitta: Copper ULSI Metalization by Low Kinetic Energy Particle Process, to be presented at 1988 ULSI Technology Symp., May, San Diego.
- 22) T. Ohmi, K. Matsudo, T. Shibata, T. Ichikawa and H. Iwabuchi: Very Low-temperature Silicon Epitaxy by Low Kinetic-energy Particle Process, to be published in Appl. Phys. Lett.
- 23) T. Ohmi, T. Ichikawa, T. Shibata, K. Matsudo and H. Iwabuchi: In-situ Substrate Surface Cleaning for Very Low-temperature Silicon Epitaxy by Low Kinetic-energy Particle Process, to be published in Appl. Phys. Lett.
- 24) 三井泰裕: 超高感度ガス分析装置, 超純度ガス供給システム, 第 12 章, (大見忠弘, 新田雄久監修: 半導体基盤技術研究会編, リアライズ社 (1986) 401~429).
- 25) 三井泰裕, 大見忠弘, 室田淳一, 杉山和彦, 川崎健弘, 河野博明, 大森宣夫, 松坂一紀: 超高感度ガス評価技術, 第 4 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術」(1987.1) 33.
- 26) 阿部光夫, 杉山和彦, 大見忠弘, 宮野安定, 箭原繁雄: パラジウム膜水素純化装置, 第 6 回超 LSI ウルトラクリーンテクノロジシンポジウム予稿集「高性能化プロセス技術 III」(1988.1) 163.