

## シリコンエピタキシャル装置の開発

黒河 治重 (元 国際電気株式会社 常務取締役、  
元 株式会社日立国際電気 執行役常務)



### 1. 半導体製造装置の国産化の草分け<sup>1)</sup>

国際電気株式会社(現 株式会社日立国際電気)が半導体製造装置ビジネスへ進出しようとした背景は、以下のとおりである。

当社は昭和24年(1949年)の創立以来、電気通信機器とともに高周波応用機器の製造販売を事業目的に掲げ、特に高周波応用機器においては、国内においてパイオニア的な存在であった。そして昭和26年から高周波の誘導加熱の応用機器が開発された。昭和30年には国内大手電機企業が一斉にゲルマニウムトランジスタの生産を開始した。続いてシリコントランジスタの生産も行われた。このころ既に高周波誘導加熱装置、磁気増幅器使用装置(磁気変調式精密温度調節器)を開発していた当社は、両装置応用の事業展開のために昭和32年には物を加熱するということをゲルマニウム単結晶製作に適應した。そしてゲルマニウム単結晶引き上げ装置を製作し、通商産業省工業技術院電気試験所(現 電子総合研究所)へ納入したことを契機に半導体製造装置事業へと発展した。並行して昭和37年にエピタキシャル成長装置、昭和38年に拡散炉を開発し昭和42年にはフォトリソグラフィ、組み立ておよび測定 of 工程に対しての装置をも商品戦列に加えて発売した。当時の半導体装置国産化事業の提唱者でかつリーダーは初代電子機械事業部長の平野宰次取締役で半導体製造装置国産化の草分け的人物であった(現在92歳)。

### 2. 当時のエピタキシャル成長技術とは<sup>2)</sup>

昭和23年にトランジスタが発明されて以来、点接触型から、メサ型へと変遷してきた時、エピタキシャル成長法が適用された。これがプレーナ型になってから、さらにトランジスタ材料がシリコンに定着し、ダイオード、トランジスタ、ICはシリコンバイポーラデバイスとしてエピタキシャル技術に支えられた。言葉の意味は、Pashlyが昭和31年の結晶報告書に「EPITAXY」と呼んだのが始まりである。すなわち単結晶の基板上に熱化学反応を利用して単結晶を気相

から成長させるとき、基板結晶の構造が単結晶膜の方位と構造を決定するわけである。シリコンエピタキシャル成長は昭和34年ベル研究所のTheverrenがSiCl<sub>4</sub>の水素還元法で試みたのが最初である。SiH<sub>4</sub>の熱分解法はこれより遅れて昭和38年にRCAのLangによって発表された。その後SiHCl<sub>3</sub>の水素還元法についてもSteinらに、より低温で成長速度の大きいSiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>を用いる方法がBenzingによって試みられた。これらの方法はそれぞれ利点、欠点がある。国際電気はこれらの原料ソースに最適な反応室を持つ、エピタキシャル成長装置開発に取り組んだのである。

### 3. 装置開発研究：試行錯誤の時代

平野氏等のリードのもとに昭和36年からシリコンエピタキシャル成長技術の研究を開始し、直径25 mmまたは30 mmのSiウエハが1枚だけ装填できる縦型式装置R-461(図1)を昭和37年に開発した。この装置の基本的な反応室内部構成は円筒状の石英反応管とその中にシリコンウエハを乗せるウエハペダスタル(支持台)に高純度シリコン単結晶を切り出し使った。そして石英反応管の外部に高周波誘導加熱用の水冷式銅パイプをコイル状に巻いてある。これに高周波誘導加熱用発振機から高周波電流を給電してペダスタルを1200 程度に加熱する。当時の原料は取り扱いの容易なSiCl<sub>4</sub>(4塩化珪素)が主に使用された。反応管内で1140度に加熱された鏡面状シリコン単結晶ウエハの表面に原料ガスを供給し、SiCl<sub>4</sub> + 2H<sub>2</sub> = Si + 4HClの化学反応式に基づき、数10ミクロン程度のSi単結晶の薄膜を成長させる。反応管からの排気ガスは排気ダクトにつなげ、室外に安全に排出処理された。

1) 使用部材の純度が得られず単結晶膜ができない苦勞  
 開発当初から装置は完成しても、なかなか単結晶が思うようにできず、眼で見て分かるほどSi表面が曇り状(ヘイズ)になり結晶欠陥も多く、表面に部分的に単結晶膜が得られたという程度のものであった。その後、改善に四苦八苦の試行錯誤が続いた。良質

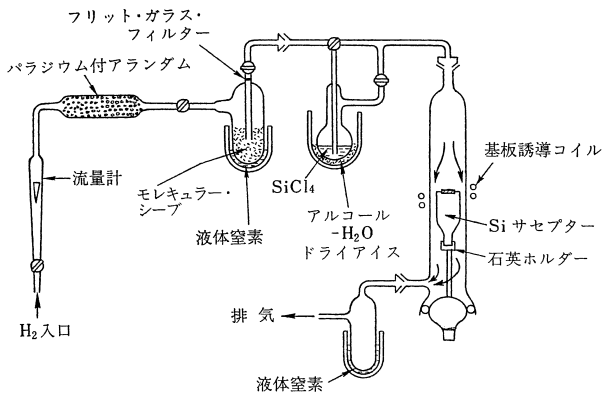


図1 縦型1枚式装置基本構成



写真1 生産用縦型エピ成長装置 DC-1600

の単結晶膜と言えるようになったのは、装置を納入した国内の大学、官公庁の研究機関や大手デバイスメーカーの研究所などの研究者達のアドバイスを受けながら、また部品材料メーカーの協力を得ることが出来たからである。主原因は、すべての使用する原料や、キャリアガス、反応管、ペDESTAL材などがエピタキシャル単結晶膜を成長させるに十分な純度が、当時、安定して得られ難いことであった。

## 2) 生産用装置へのスタート

この頃、米国の装置メーカーの誕生に刺激され、国内デバイスメーカーからの要望は、膜厚、抵抗率の均一性と生産性であった。装置構造は、横型炉(米国ヒューグル社)、パンケーキ型の回転サセプタ付縦型炉(米国AMT社)が提案されていた。当社の縦型は前述のように各種シリコン原料ガスに適應できる独自の反応室構造をめざし、反応管構造がシンプルで容易な横型の製作も試みながら、最終的にはエピタキシャル成長の膜厚、抵抗率の均一性が良いと思われる縦型を選択した。昭和38年に25 mm ウエハ6枚が装填できるDC-1200を開発、昭和41年に30 mm ウエハ12枚、または40 mm ウエハ8枚を装填できるDC-1600を開発した(写真1)。本装置は高周波発振機、高周波フィーダ切替器(発振機1台で2台のエピタキシャル成長炉を交互に使用するため)、制御ユニット、エピタキシャル成長炉、ガス制御装置より構成されている。

エピタキシャル成長は、 $\text{SiCl}_4$ の水素還元法によってグラッシーカーボンサセプタの上にウエハを載せて回転し $\text{SiCl}_4$ ガスをウエハ面の上部からシャワー方式で流出する縦型方式で行われた。しかし、このガス供給方式は、ウエハ表面に微粒子のパーティクルがシャワーノズルから時折落下し、シリコン表面に付着する欠陥があった。昭和44年に50 mm ウエハ10枚が

装填できるDC-2400を開発した。従来反応室は、石英ベルジャーを使用していたが、安全上ステンレスステールベルジャーに変更し、腐蝕ガスによるSi表面への汚染を防ぐためにステンレスベルジャー内部に石英材でサセプタを覆うように作製した反応室を作り、Siウエハ加熱源にはSiCコートしたグラファイトサセプタを使用した。さらに反応ガスの流出口に工夫をし、安全の確保と膜質の向上を図った。昭和46年に50 mm ウエハ24枚が装填できるDC-3200を開発した。

## 3) 東北大学半導体研究振興会での完全結晶の作製

昭和48年ごろ、東北大学 西沢教授のもとで、Si完全結晶の薄膜をエピタキシャル成長にて作製する研究が行われていた。半導体業界各社から研究者が派遣されて作製法を学んだり、デバイスの研究など盛況を極めた。筆者も当時1年間、半導体研究所に派遣され、静電誘導型トランジスタ、サイリスタデバイス用の高抵抗エピ成長技術と装置の作製を学んだ。石英ガラスのガス系、石英の反応管、サセプタで高純度原料(5ナイン)を使えば、10の12乗レベル(100オーム以上)の抵抗率が得られることが分かった。しかし、安全上、ガラスのガス系は、その後の生産装置開発では使われなかったが、高純度技術の習得には非常に有益なことであった。

## 4 . DC-5200縦型エピ装置の誕生

昭和47年頃から $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{SiHCl}_3$ 、 $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{SiH}_4$ の反応原料ガスのいずれでも、エピタキシャル成長ができるように試みられた。当時、どこの装置メーカーもCl系原料ガスは制御できても、モノシラン原料ガスでの熱分解反応を制御でき、膜厚、抵抗率を均一にできる反応室構造が困難であった。国内で唯一、モノシラン原料ガスを開発、供給していたのは小松電子金属株式会社であった。筆者等は平野事業部長は

はじめ、上司から早期完成の発破をかけられ、図2に示す構造に工夫改善し、開発に成功することができた。特にSiH<sub>4</sub>原料ガスの熱分解反応を制御できるメリットを活かした反応室構造にすることが可能になった。すなわち、従来のように単に石英反応室をベルジャー内に作るのではモノシランの副生成物が大量に石英ベルジャーに付着するため、良いエピ成長膜ができない。このため、石英のベルジャーを水冷式外部ステンレスベルジャーに密着できる構造にした。当時、薄肉厚の石英ベルジャーの製作は欧州の石英メーカーしか対応できなかったが、すぐ後に国産石英メーカーの協力で可能となった。昭和49年頃から量産装置としての装置品質をあげるために注力し、特にエピ成長膜の品質、抵抗率の分布の均一性については、加熱源サセプタからの不純物発生の防止のためにSiCコーティンググラファイトサセプタの国産化を推進し、国内メーカーの協力を仰いだ。特にSiC膜にピンホールが発生しやすく、この対策に数年を要したが、最終的に満足するものが入手できた。パンケーキ型サセプタをむらなく回転させるための回転軸の安定信頼性にも数多くの試行錯誤があり、自社開発で独自の回転軸を製作することができた。昭和52年には、ついに集大成としてのDC-5200を開発した(写真2)。この装置性能ではサセプタ435 mm、直径3インチ20枚、5インチ5枚が可能で、すべての原料ガスでのエピタキシャル成長膜が保証できるようになった。高周波誘導加熱は、100 kW 5 ~ 10kHzで、これも従来の発振管方式からインバータ方式に変え、コンパクトな床面積で、精密自動温度制御装置との組合せで安定した加熱源となった。そしてこの装置は、幸いにも、NTT超LSI開発プロジェクト(昭和50年スタート)、旧通産省肝煎りによる超LSI技術研究組

合(昭和51~55年)にも採用され、注目された。更には、当時のエピ成長の技術的重要課題であった膜厚、比抵抗分布の均一性向上、結晶欠陥(SWIRL、微小欠陥)の制御、高濃度基板上的エピ層、オートドーピングの抑制と急峻な濃度プロファイルの実現、高比抵抗、薄いエピ層の完成、パターンシフトの制御などが解決された。これにより、DC-5200は量産装置として重要な課題である Si原料、キャリアとしての水素ガス、ドーピングガスの高純度化と安全性の取り扱いと処理、装置駆動部品(回転軸、昇降機構、高周波電流切換器など)の信頼性、装置制御システムのCPU化対応などが克服された。この装置は開発当初からお客に高い評価を受け、国内大手のデバイスメーカーのみならず、材料メーカーにも採用され150台以上の実績を作った。その後、昭和58年度ぐらいからデバイス(バイポーラ電力用高耐圧、CMOS)の量産化にともない、装置も今日に至るまでDC-6000~9000へと幾何学的に拡大される中で減圧式エピタキシャル法、高純化、自動化、ブロックコントローラ化などの付加価値がついた縦型装置となり成長膜の限りない完全結晶化へと対応してきた。昭和59年には縦型気相シリコンエピタキシャル装置の開発で第26回科学技術長官賞(功労賞)を受賞することができた。これも振り返れば、昭和37年の国産化からDC-5200完成の長い歳月にわたり失敗の数々でしたが、多くのお客様に支えられながら、上司の指導、理解とチャレンジ精神旺盛なエピチーム仲間との強い絆と情熱で得られたものと感謝申し上げたい。

#### 参考資料

- 1) 国際電気株式会社 30年史(昭和54年発行)による
- 2) 黒河、遠藤他 エピタキシー: 250頁、結晶作成法、試料の作成と加工: 共立出版社 昭和56年

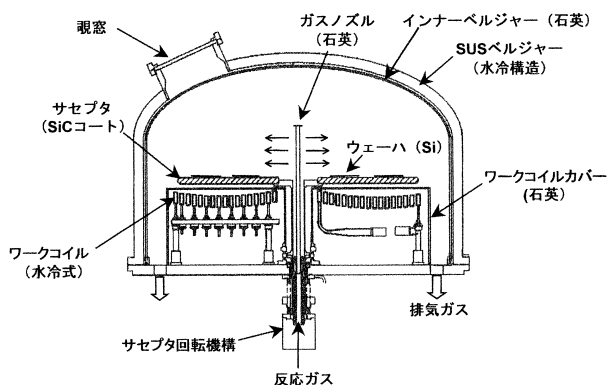


図2 DC-5200エピ装置反応室構造



写真2 DC-5200エピ装置外観