

令和2年度採択
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「次世代半導体プロセスに対応可能な超臨界技術を用いた
ウエハ乾燥技術の開発」

研究開発成果等報告書

令和4年5月

担当局 四国経済産業局
補助事業者 公益財団法人かがわ産業支援財団

目 次

第1章 研究開発の概要	
1-1 研究開発の背景・研究目的及び実施内容 3
1-2 研究体制 4
1-3 成果概要 7
1-4 当該研究開発の連絡窓口 8
第2章 本論	
2-1 実施内容	
【1】乾燥工程の処理時間を短縮する技術の開発 9
【2】コンタミを削減する技術の開発 11
【3】処理結果を評価する技術の開発 16
最終章 全体総括	
研究開発の成果 20
知財戦略 21
事業化展開 21

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び実施内容

(1) 研究開発の背景

AI・IoT 時代を迎え、半導体集積回路の高性能化が急激に進んでいる。それに対応するため、集積回路のパターンの微細化が求められており、極端紫外線（Extreme Ultraviolet）領域の露光技術（EUV 露光技術）を用いた半導体製造プロセスの導入が見込まれている。一方、EUV 露光技術で作成した微細化パターンを有するウエハの清浄化技術においては、純水洗浄後にトレンチ内に残った純水をイソプロピルアルコール（IPA）で置換した後にその IPA を乾燥する方法が実施されている。しかし、パターンの幅が微細線幅の場合、表面張力の少ない IPA であっても、表面張力が原因でパターンが倒壊するという問題が生じており、これに対応できるウエハ乾燥技術の高度化が半導体関連の川下企業から望まれている（図1）。

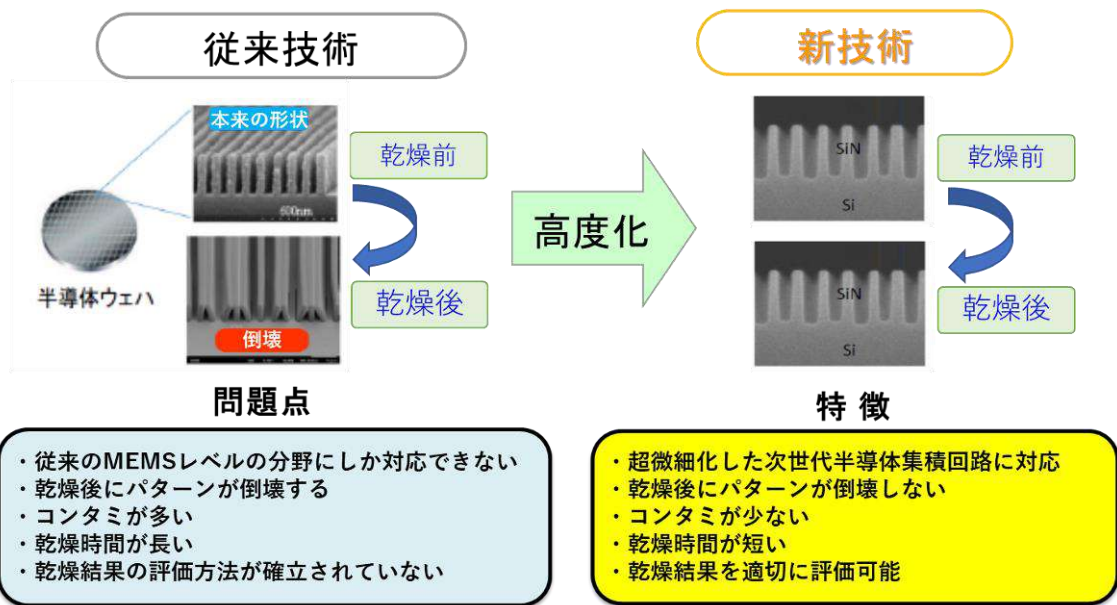


図1 従来技術と新技術

この要求に応えるため、半導体集積回路の構成部品としてのウエハの超臨界洗浄・乾燥技術を有している株式会社レクザム（レクザム）は、産業技術総合研究所（産総研）のエレクトロニクス・製造領域のデバイス技術研究部門が有する集積デバイス開発技術や TIA 推進センター（TIA）のスーパークリーンルーム（SCR）が有するコンタミ等の検証・分析・評価技術などを活用し、次世代半導体プロセスに対応可能な超臨界乾燥技術を用いた超高精密パターンを有するウエハ乾燥技術の開発を行った。

(2) 研究開発目的及び実施内容

従来技術の問題点としては、①処理時間が長いこと、②コンタミ（パーティクル、メタルコンタミ）が多いこと、③倒壊やコンタミを評価する技術が不十分であることが挙げられる。そこでレクザムでは、実用化に成功している現在の超臨界乾燥装置をさらに高度化することで、乾燥時間の短縮やコンタミ削減を実現する。産総研はTIA・SCRで、金属汚染検査やパーティクル検査を高精度で実施・評価するとともに、試験用に製作した微細パターンを用いて超臨界乾燥の効果を検証する（図2）。

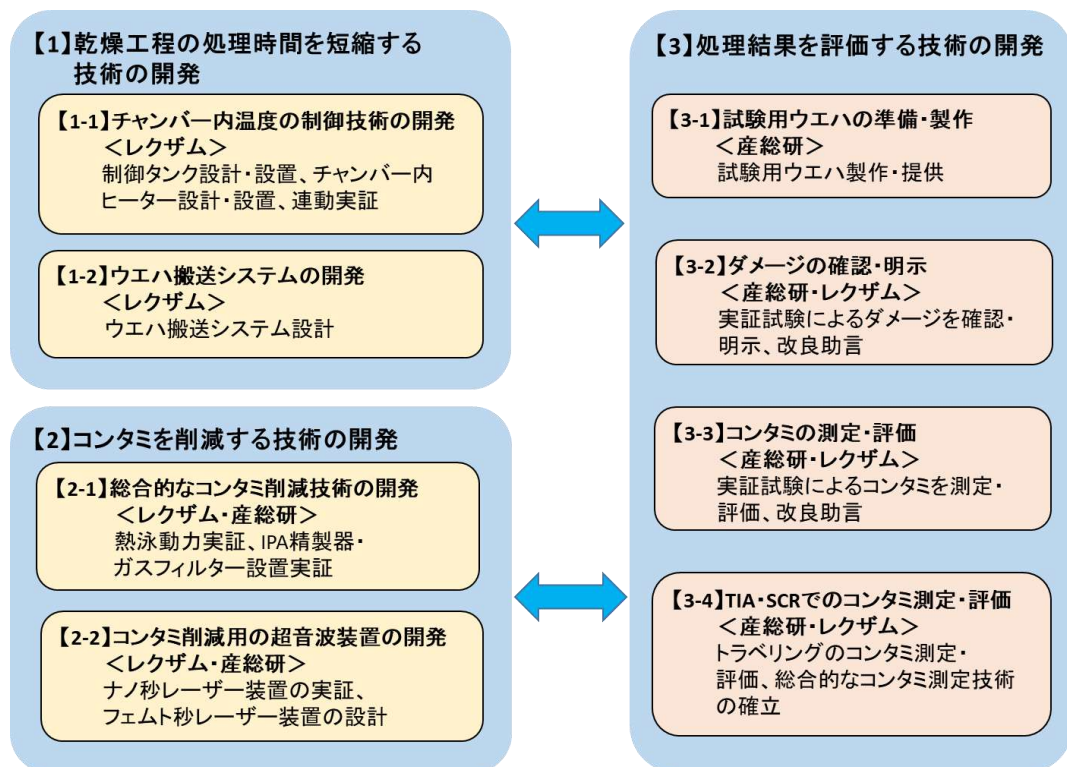


図2 研究開発課題と目標値

1-2 研究体制

(1) 実施体制

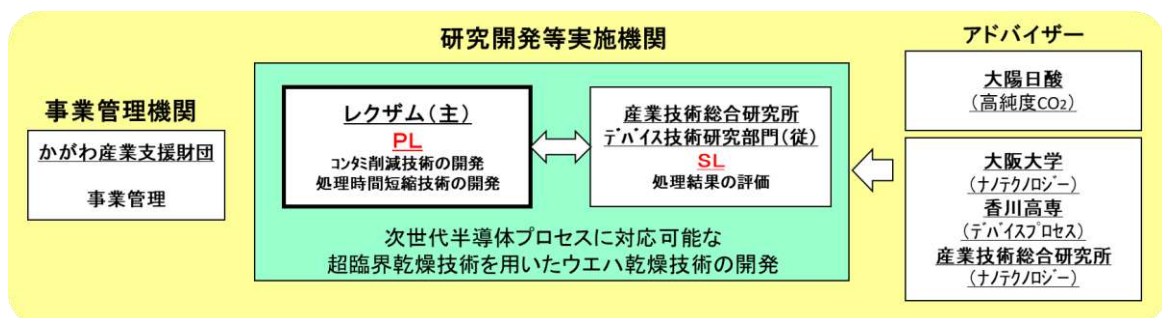


図3 実施体制

(2) 管理員及研究員

【補助事業者】

公益財団法人 かがわ産業支援財団

管理員

氏名	所属・役職	実施内容
今雪 良智	技術振興部・参与兼部長	プロジェクト管理及び進捗会議の開催
柏田 知志	技術振興部 産学官連携推進課・主幹 (R3年4月1日～事業終了)	
稲田 智光	技術振興部 産学官連携推進課・主幹 (事業開始～R3年3月31日)	
佐藤 恵子	技術振興部 産学官連携推進課・専門員	

【間接補助事業者】

研究員等

株式会社レクザム

氏名	所属・役職	実施内容
山内 守	経営企画部・執行役員	【1-1】 【1-2】 【2-1】 【2-2】 【3-1】 【3-2】 【3-3】 【3-4】
古川 則夫	技術開発部 主任研究員	
一二三 正晃	技術開発部 技師補	
兵頭 弘祐	技術開発部	
松田 勇輔	技術開発部	
三木 秀司	西条工場 技術開発部	
関口 博文	西条工場 技術開発部	

国立研究開発法人産業技術総合研究所

氏名	所属・役職	実施内容
森田 行則	デバイス技術研究部門 先端 CMOS 技術研究グループ・研究グループ長	
池原 毅	TIA 推進センター プラットフォーム運営ユニット 研究開発施設ステーション・総括主幹	【2-1】【3-1】 【3-2】【3-3】
越野 圭二	TIA 推進センター プラットフォーム運営ユニット 研究開発施設ステーション・主査	【3-4】
元木 健作	TIA 推進センター イノベーションコーディネータ	

(3) 他からの指導者・協力者

【アドバイザー】

大陽日酸株式会社

氏名	所属・役職	実施内容
藤田 公	サブマネージャー	【1-1】【1-2】

国立大学法人大阪大学

氏名	所属・役職	実施内容
関谷 毅	総長補佐 栄誉教授	【2-1】【2-2】

独立行政法人国立高等専門学校機構 香川高等専門学校

氏名	所属・役職	実施内容
岩本 直也	電子システム工学科講師	【1-1】【1-2】

国立研究開発法人産業技術総合研究所

氏名	所属・役職	実施内容
内田 武吉	工学標準研究部門 材料強度標準研究グループ付	【2-2】

1-3 成果概要

本研究開発では、レクザムが産総研及びアドバイザーの協力のもと、先導研究で製作した先行試作機を使って試験や評価、特許出願を行うとともに、その技術を導入した開発機を令和2年度に完成させ、令和3年度は開発機に改良を加え、商品機を開発した（図4）。

超臨界乾燥装置	特徴・仕様	その他
先行試作機 (先導研究で製作した装置、開発機や商品機の予備試験用等に使用)	<ul style="list-style-type: none"> ・300mmウエハ用 ・半導体製造装置企業向け ・研究開発中 ・乾燥時間に制限あり(4分未満のニーズあり) ・微細化に対応 	<ul style="list-style-type: none"> ・チャンバー内部はSUS ・開発機、商品機と仕様が似ており、特許取得等の実証試験で使用 ・開発機・商品機の汚染防止のために使用する試験装置
開発機 (令和2年度事業で開発)		<ul style="list-style-type: none"> ・チャンバー内部を表面処理 ・先行試作機の技術を搭載
商品機 (令和3年度事業で開発)		<ul style="list-style-type: none"> ・開発機を改良 ・チャンバー内ヒーター設置 ・CO₂制御タンク設置 ・IPA精製器を開発 ・CO₂精製器、ガスフィルター設置 ・2021年12月から実証試験
ラボ機 (既存の超臨界洗浄・乾燥装置)	<ul style="list-style-type: none"> ・100mm～150mmウエハ用 ・大学・研究所向け ・現在販売中 ・乾燥時間に制限なし(乾燥には30分程度必要) 	<ul style="list-style-type: none"> ・IPA精製器と連動可能

図4 レクザムが開発した超臨界乾燥装置の種類

本研究開発の実施項目、内容及び進捗は次のとおり（図5）である。

実施項目	研究開発内容<実施機関>	進捗
【1】乾燥工程の処理時間を短縮する技術の開発 【1-1】チャンバー内温度の制御技術の開発 【1-2】ウエハ搬送システムの開発	<レクザム> 制御タンク設計・設置 チャンバー内ヒーター設計・設置 連動実証 ウエハ搬送システム設計	商品機で達成 ・処理時間：4分未満/枚 120枚/時/ユニット (15枚×8容器)
【2】コンタミを削減する技術の開発 【2-1】総合的なコンタミ削減技術の開発 【2-2】コンタミ削減用の超音波装置の開発	<レクザム・産総研> 熱泳動力実証 IPA精製器・CO ₂ ガスフィルター設置実証 ナノ秒レーザー装置の実証、 フェムト秒レーザー装置の設計	商品機で確認 ・メタルコンタミ：各種金属元素 濃度 5×10^{10} 以下(atoms/cm ²) ・微細構造ウエハ(5nmノド)の ダメージ無し
【3】処理結果を評価する技術の開発 【3-1】試験用ウエハの準備・製作 【3-2】ダメージの確認・明示 【3-3】コンタミの測定・評価 【3-4】TIA・SCRでのコンタミ測定・評価	<産総研・レクザム> 試験用ウエハ製作・提供 実証試験によるダメージ確認・明示 改良助言 実証試験によるコンタミ測定・評価 改良助言 トラベリングのコンタミ測定実証 総合的なコンタミ 測定技術の確立	パーティクルはさらなる削減を 目指して追加研究を実施中

図5 実施項目、研究開発内容及び進捗



図6 令和2年度に完成した開発機

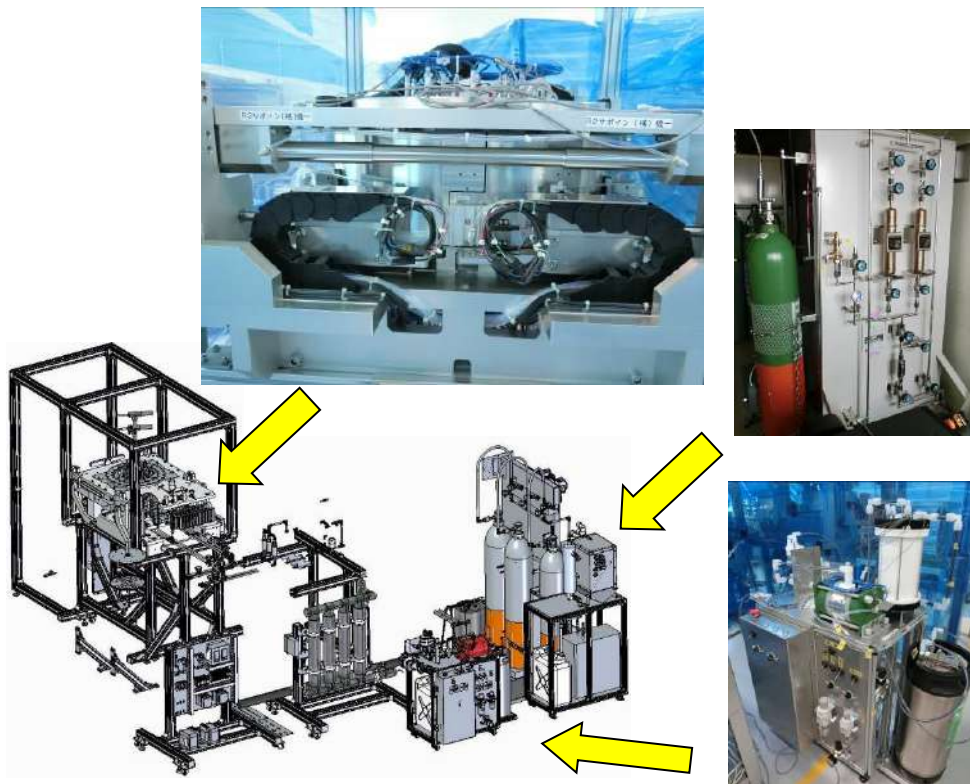


図7 令和3年度に完成した商品機

1-4 当該研究開発の連絡窓口

株式会社レクザム

執行役員 経営企画部 SDGs 担当

山内 守

TEL : 080-3996-4146

E-mail : yamauchi-mamoru@rexxam.co.jp

第2章 本論

2-1 実施内容

【1】乾燥工程の処理時間を短縮する技術の開発

微細化する半導体デバイスの製造プロセスでは、高額な EUV 露光装置の処理枚数に整合するよう洗浄・成膜・エッチングなど各工程の処理枚数が求められ、洗浄・乾燥装置の処理時間の短縮要求は強い。そこで、超臨界乾燥装置の置換・減圧及び搬送工程での処理時間を短縮する技術の開発を行った。

【1-1】チャンバー内温度の制御技術の開発

処理時間を短縮するには、チャンバー内の流体の速やかな置換と減圧時間の短縮が必要であるが、急激な減圧によってドライアイスが生成しウエハパターンが倒壊する。そこで、レクザムでは CO₂ ポンプとチャンバーの間に CO₂ 制御タンクを設置した(図8)。

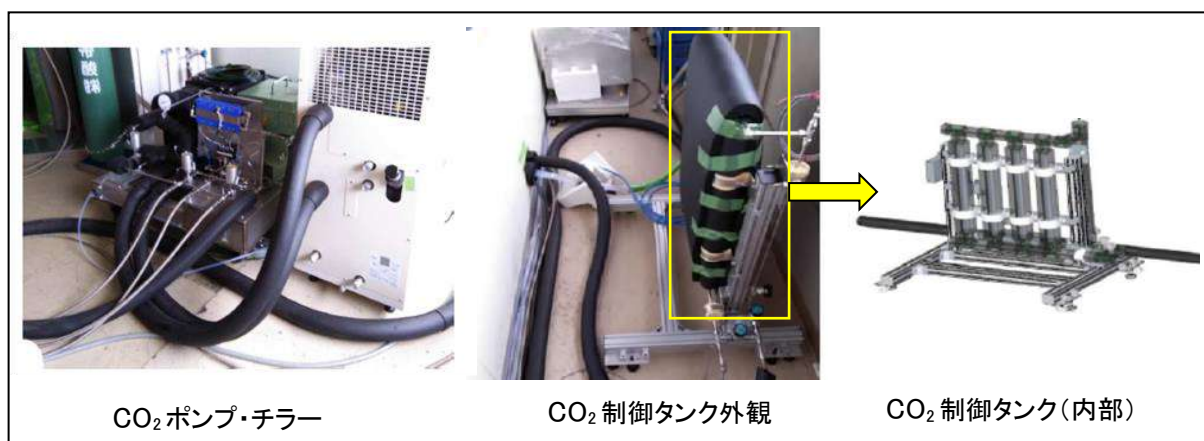


図8 CO₂ 制御タンク式

次に、設備付加としてチャンバー内にヒーター板を設置し、熱泳動力実証を実施したところ、パーティクルが減少した。

続いて、CO₂ 制御タンクとヒーター板を連動させると、昇圧時間を約 2 分から約 1 分に短縮することができた(図9)。これは、置換時間の短縮にも効果があることを示している。

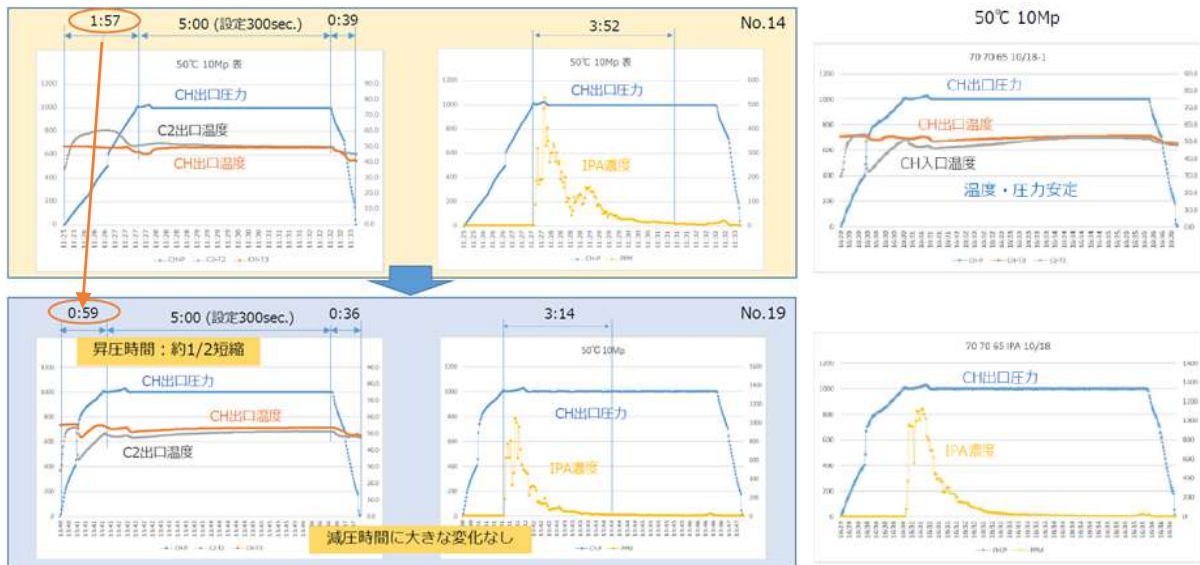


図9 CO₂制御タンクとプレートの連動実証の結果

さらに、制御タンクの圧力、ヒーター温度設定を最適化することで、置換時間約 2 分を達成し、処理時間の短縮化を図ることができた。最終的に、昇圧：約 1 分、置換：約 2 分、減圧：約 40 秒となることから、「処理時間 4 分未満/枚、120 枚/時/ユニット（15 枚×8）枚」を達成したが、更なる処理時間の短縮に向けて、追加研究を実施している。

【1-2】ウエハ搬送システムの開発

処理時間短縮のためのもう一つの方法としては、ウエハ搬送時間の短縮がある。そこで、搬送ロボット技術やチャンバー回転技術（特開 2021-093389）、上部ヒーター回転技術（特開 2021-125667）等を活用して、ウエハ搬送システムを開発設計した（図 10）。この搬送システムは、装置を導入する川下企業の要望に合わせて導入するため、商品機への付加は実施しなかった。

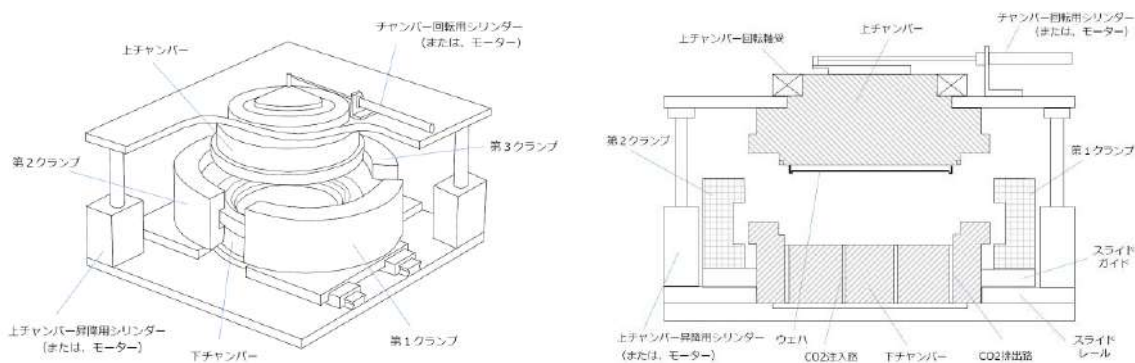


図 10 チャンバーの設計図

また、一般的に広く販売されている従来のウエハ乾燥装置は、搬送用ロボットが搬入と搬出を同じ場所から行っていたため、1つのウエハの乾燥工程に稼働時間が2倍となり時間のロスがあった。そこで商品機では、様々な搬送方法に対応できるように、搬入口と搬出口を別に設置することで、搬送時間が短縮され、次の工程への連携が早くなり省スペースでの設置を可能にしている（図 11）。

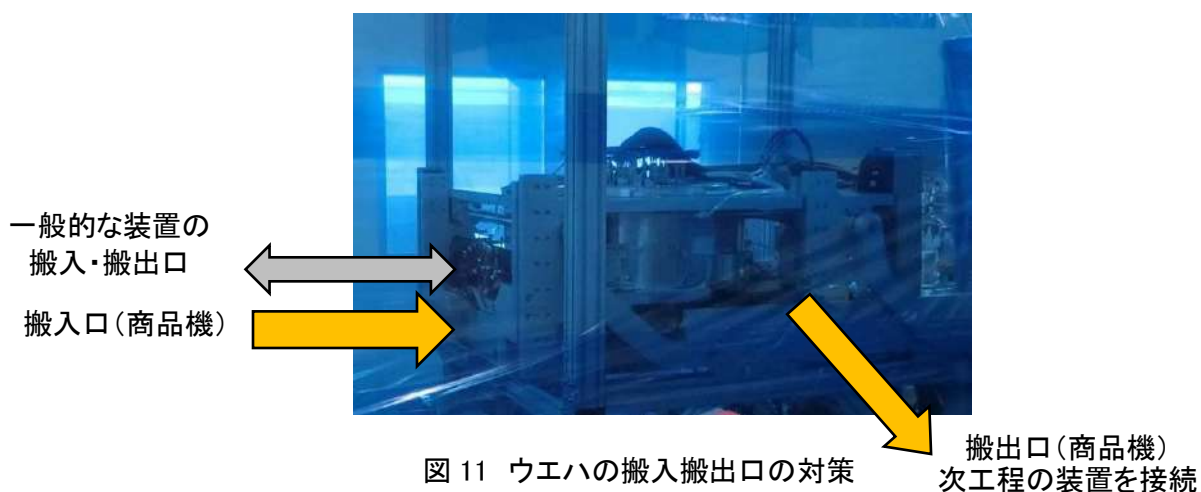


図 11 ウエハの搬入搬出口の対策

【2】コンタミを削減する技術の開発

産総研の保有する総合的なコンタミ削減技術を活用し、気流・流路制御によるパーティクル除去（特開 2021-118329）等に加え、IPA 精製器を開発・設置し（図 12）、熱泳動力実証を行った。

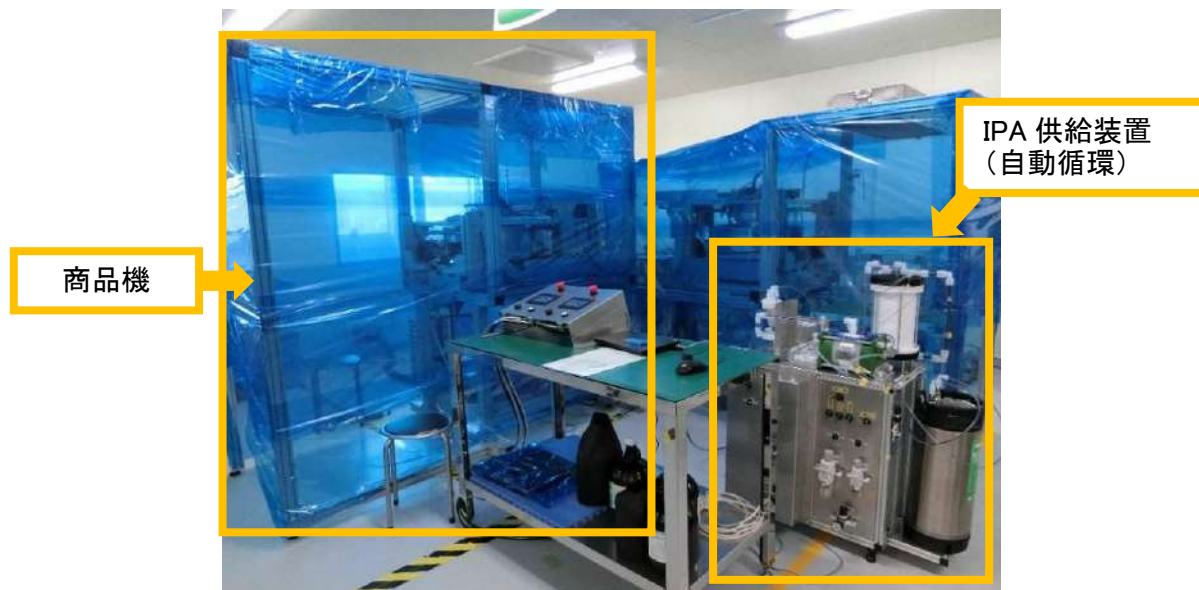


図 12 商品機の設置状況(図7参照)

【2-1】総合的なコンタミ削減技術の開発（レクザム・産総研）

コンタミの削減については、産総研の技術指導のもと、IPA の高純度化を試みた。IPA の供給容器を従来の 4ℓ 瓶から 18ℓ キャニスター缶に変更し、金属イオンフィルターと IPA フィルターの付いた自動循環の精製器を設置した（図 13）。

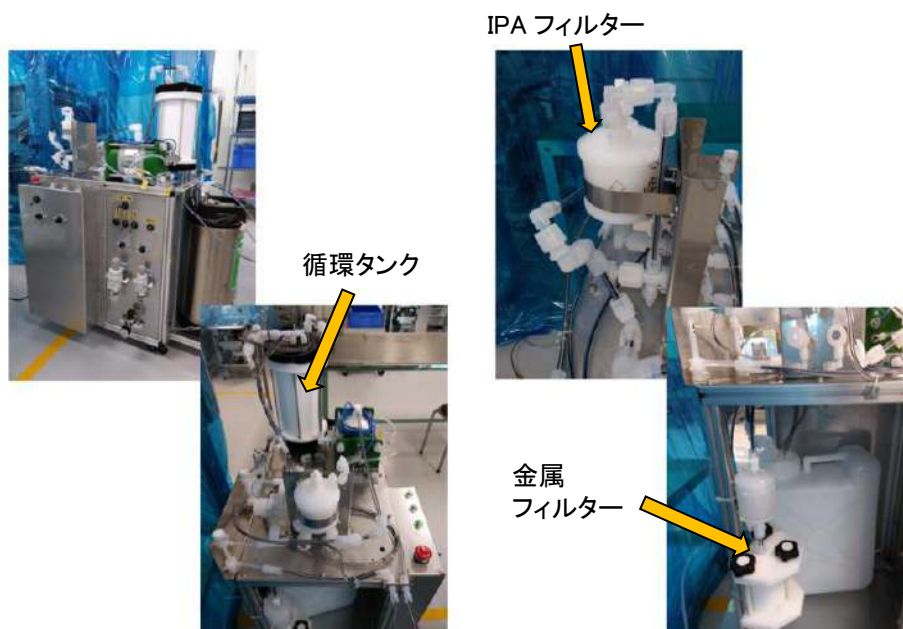


図 13 IPA 精製器一式

IPA 精製器の効果については、アドバイザーである大阪大学の協力でガスクロマトグラフィー質量分析 (GC/MS) を 4ℓ 瓶、18ℓ キャニスター缶 (直接)、18ℓ キャニスター缶 (IPA 精製器通過) の 3 種類の IPA 液体試薬で実施した。

GC/MS の分析結果では、IPA 精製器を使用した場合、試験を開始した当初は、IPA 液体試薬で、微量ではあるもの「水 (H₂O)」や、コーティング剤由来と思われる 1,1-ジイソプロポキシエタンが混入していたが、フィルターの連続運転でほぼ改善された。令和 2 年度に実施した未処理のウエハ上の GC/MS 測定結果に比べて、コンタミ成分は極めて少なく、多くのコンタミ成分が観測されなかった (図 14, 図 15)。

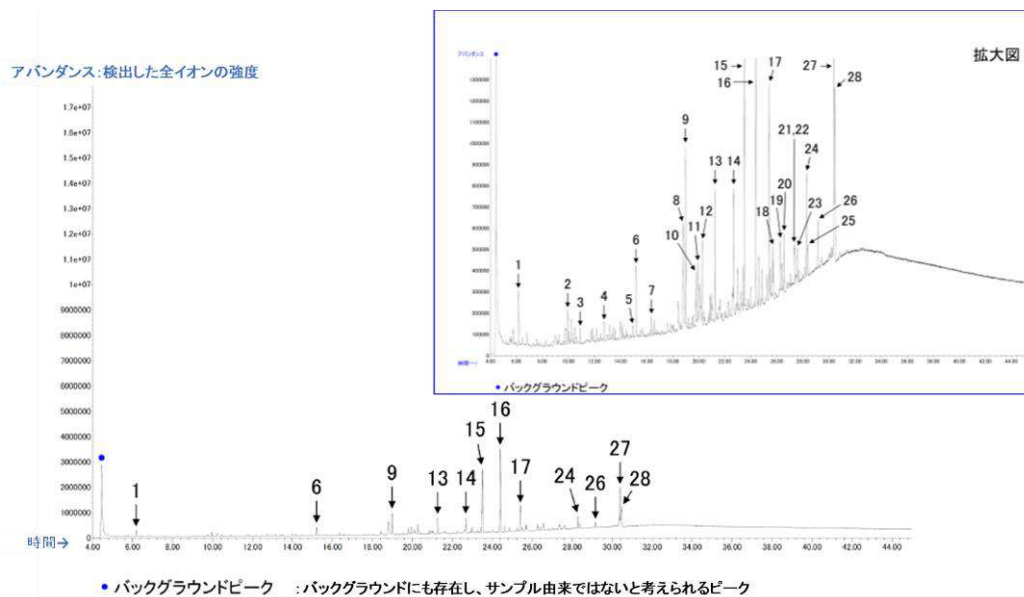


図 14 未処理のウエハ上の GC/MS 測定結果

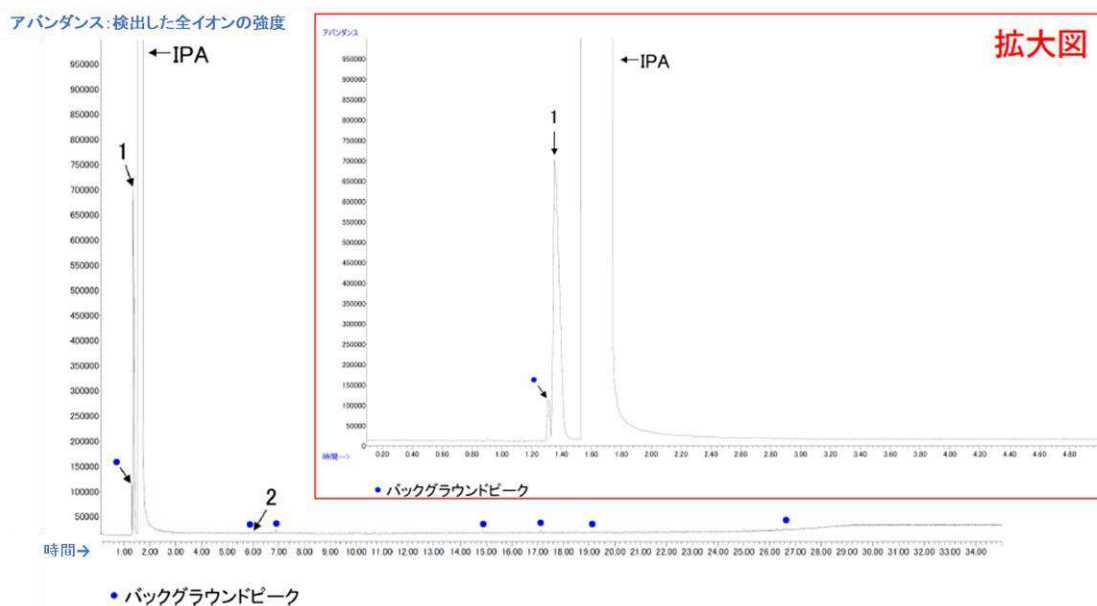


図 15 18ℓ キャニスター缶 (IPA 精製器通過) を使用した GC/MS 測定結果

またパーティクルの削減に向け、アドバイザーである大陽日酸の協力で CO₂ を高純度化するための CO₂ 精製器とガスフィルターを設置し（図 16）、実証実験を行った。結果、CO₂ 精製器とガスフィルターによりパーティクルが減少していた。



図 16 CO₂ 精製器一式

全ての装置の設置が完了したため、液体 CO₂ による配管等洗浄実証を行ったところパーティクルの減少を確認し、パーティクル削減に有意な結果が得られた。現在追加研究を行い配管等洗浄の時間・温度などの実施例を増やして知財取得を進めている。

また、ヒーター板とクーリングプレートを用いた熱泳動力実証では、パーティクルの減少を確認し、熱泳動力による有意な結果が得られた。この結果を踏まえ、ヒーター板とクーリングプレートの温度差を大きくする等の追加研究で実施例を増やし、知財の取得を進める。

こうした取組に加え、さらなるパーティクル削減を目指すには、クリーン環境の整備がより重要であると考えられる。そこで、半導体製造装置企業の洗浄装置との連携や組込の調整を進めることとしている。

メタルコンタミについては、商品機で超臨界乾燥処理したウエハを産総研の全反射蛍光 X 線分析装置で測定したところ、金属元素は確認できず（図 17）、目標としていた各種金属元素濃度 5×10^{10} 以下 (atoms/cm²) を確認した。



図 17 全反射蛍光 X 線分析装置の測定結果

【2-2】コンタミ削減用の超音波装置の開発（レクザム・産総研）

令和 2 年度は、大阪大学（アドバイザー）のレーザー超音波技術を活用したナノ秒レーザー照射試験実施し、パーティクルの遊離を確認したが、同時にウエハ表面のダメージを確認した。そのため令和3年度は、ナノ秒レーザーよりパルス幅の短いフェムト秒レーザーの導入を検討した。

パーティクルの遊離範囲の拡大と、ウエハ表面へのダメージを軽減するために、フェムト秒レーザーの照射やレーザーの出力低減の検討、低出力フェムト秒レーザー超音波装置の設計、装置の導入と実証試験を計画した（図 18）。本研究開発では設計まで実施し、今後はオプションとしての活用を想定し、追加研究を実施予定である。

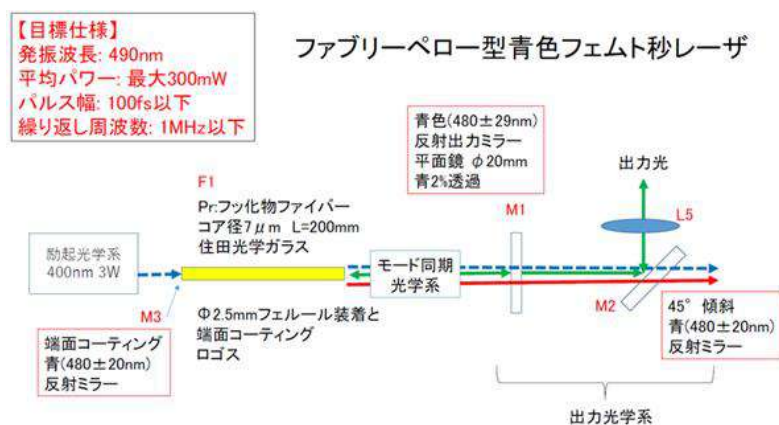


図 18 フェムト秒レーザーの設計イメージ図

【3】 処理結果を評価する技術の開発

【1】【2】の技術開発結果を適切に評価するため、産総研では試験用ウエハを製作し、ダメージの確認・明示、コンタミ測定・評価等、処理結果を評価する技術を開発した。

【3-1】 試験用ウエハの準備・製作（産総研・レクザム）

産総研の TIA・SCR には、半導体工場で利用されている最先端のプロセス装置群が設置され、300mm ウエハ上で微細なデバイスの形成が可能である。産総研はこの施設で倒壊しやすい特殊なパターンを持つ試験用ウエハを製作し（図 19）、レクザムに提供した。試験用ウエハは、ダメージ確認やコンタミ評価に使用した（【1-1】，【2-1】，【2-2】）。

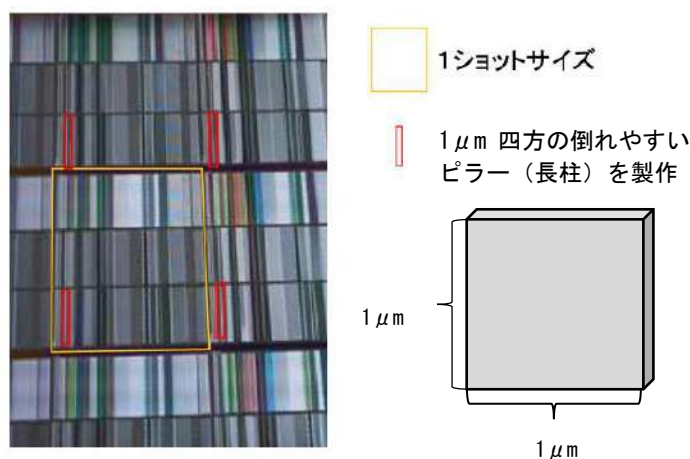
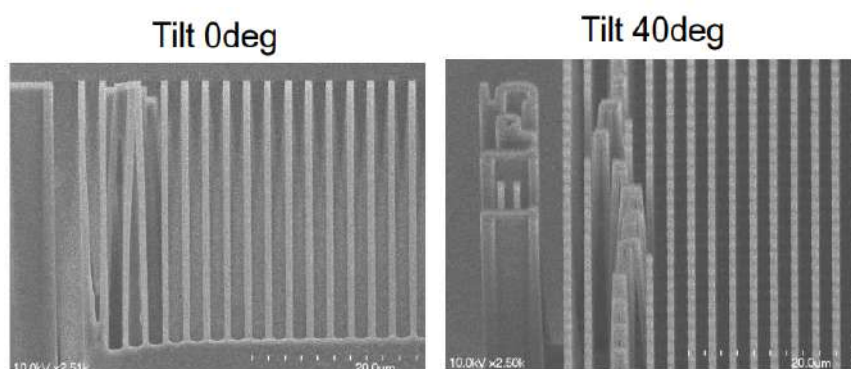


図 19 製作した試験用ウエハの例

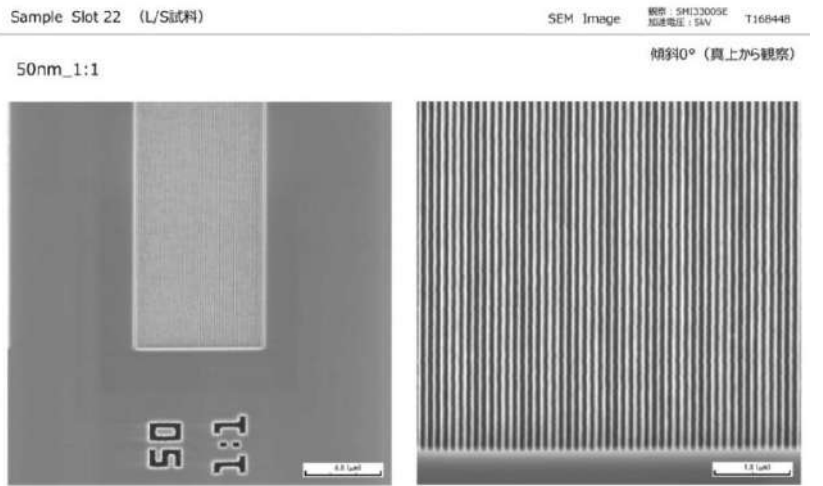
【3-2】 ダメージの確認・明示（産総研・レクザム）

レクザムでは、【3-1】で製作した試験用ウエハを用いて自然乾燥した場合と商品機で超臨界乾燥処理を行った場合に、パターンの倒壊がないか確認を行った（図 20，21）。

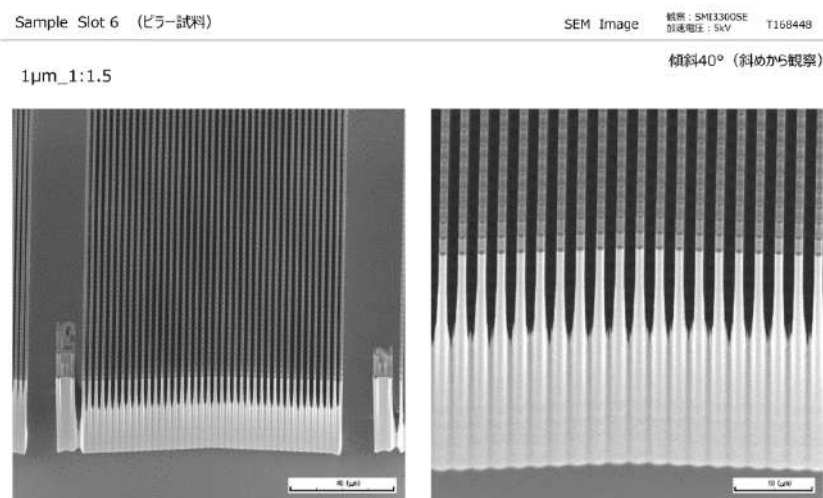


長柱サンプルを自然乾燥した場合→倒壊する

図 20 倒壊しやすいパターンを用いた超臨界乾燥処理による実証（自然乾燥時）



先端が根本の半分の太さの長柱に超臨界乾燥処理した場合→倒壊なし



深堀サンプルに超臨界乾燥処理した場合→倒壊なし

図 21 倒壊しやすいパターンを用いた超臨界乾燥処理による実証(超臨界乾燥処理時)

結果、倒壊しやすい特殊なパターンは、超臨界乾燥処理を行うことで倒壊を起こさないことを確認し、「超臨界乾燥処理は微細構造物の乾燥に有効である」と示された。

さらに、線幅を狭くした場合でも問題がないか確認するため、香川大学創造工学部の協力でパターン倒壊テストピース(換算値 0.2~500nm の微細線幅パターン)を製作し(図 22)、自然乾燥したピースと超臨界乾燥処理後のピースを比較した。

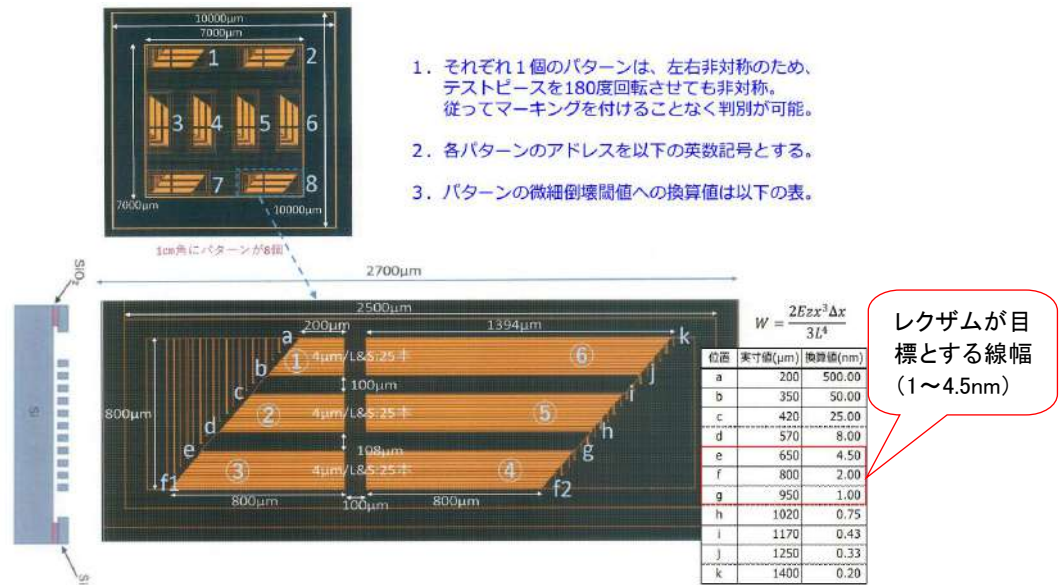
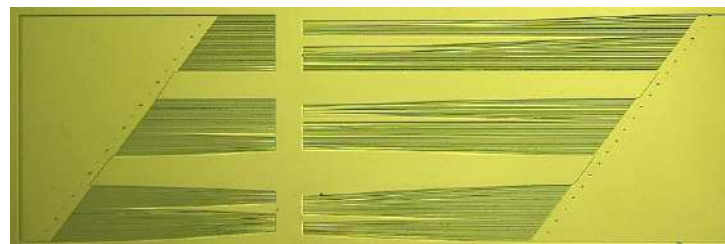
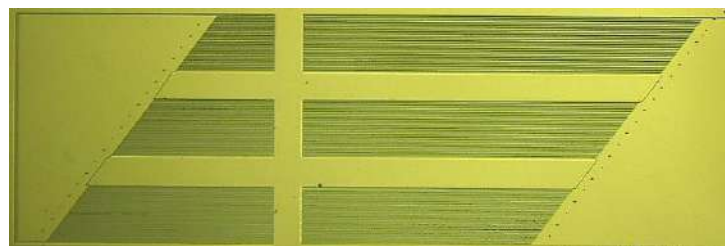


図 22 微細線幅のパターン倒壊の評価方法

ピースを自然乾燥させた場合は 50nm 以下で倒壊が見られたが、商品機を用いて超臨界乾燥処理を行ったピースは、全ての線幅で倒壊がなかった (図 23)。



自然乾燥後のピース (換算値 50nm 以下は倒壊)



超臨界乾燥処理後のピース (全て倒壊なし)

図 23 微細線幅パターンの超臨界乾燥処理による実証

【3-3】コンタミの測定・評価 (産総研・レクザム)

産総研では、【1-1】チャンバー内温度の制御技術の開発、【2-1】総合的なコンタミ削減技術の開発において、商品機でウエハを超臨界乾燥処理した後、パーティクルの測定を行い、評価を実施した。

【3-4】 TIA・SCRでのコンタミ測定・評価（産総研・レクザム）

採択当初は、産総研の TIA・SCR に商品機を設置して評価を行う予定であったが、詳細に検討を行った結果、装置の導入にかかるコストや各種許可申請、商品機の実証が可能となる時期等との関係から、事業期間中の商品機設置は困難であることが判明した。そこで、商品機はレクザム香川工場に設置し、産総研の TIA・SCR でパーティクルの測定を行った。一方で輸送（トラベリング）によるウエハへのコンタミが想定されるため、事前にトラベリングを実施しコンタミを測定した（図 24）。

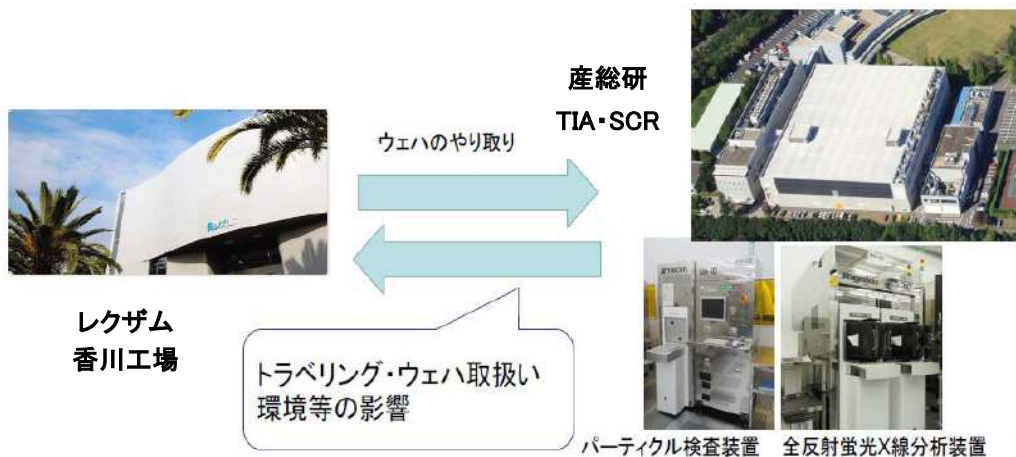


図 24 トラベリングによるコンタミ評価

トラベリングによるコンタミ測定の手順は、産総研がウエハを送付する前にパーティクル検査装置でパーティクルを測定する。次に SCR のクリーン環境下で、300 mmウエハを 25 枚入れることができる「FOSB」というケースにウエハをセットし、クリーンパックを行ってレクザムへ送る（図 25）。その後、何もしないで産総研へ返送し、パーティクルを測定する。結果、パーティクルは輸送後に増加していた。

FOSB (Front Opening Shipping Box)



Ref: shinpoly.co.jp

300mmウエハの運搬に標準的に使用される

クリーン環境でウエハを封入して搬送

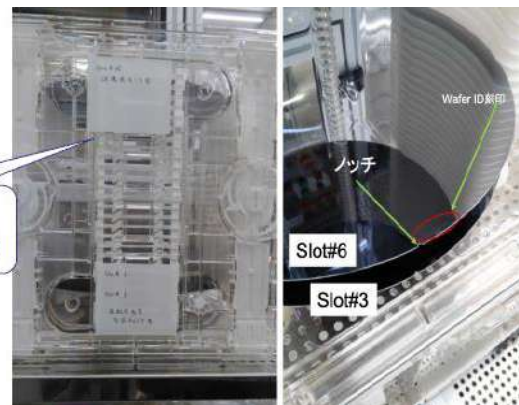


図 25 FOSB での発送

このように計測のバックグラウンドを確立させたことで、超臨界乾燥処理によるパーティクルの評価や対策の段階に移行することができた（図 26）。

さらに測定と評価を繰り返す地道な作業を行うことで、プロセス、IPA 供給装置及び CO₂ 供給装置は、課題の洗い出しや改善を行うことができた。

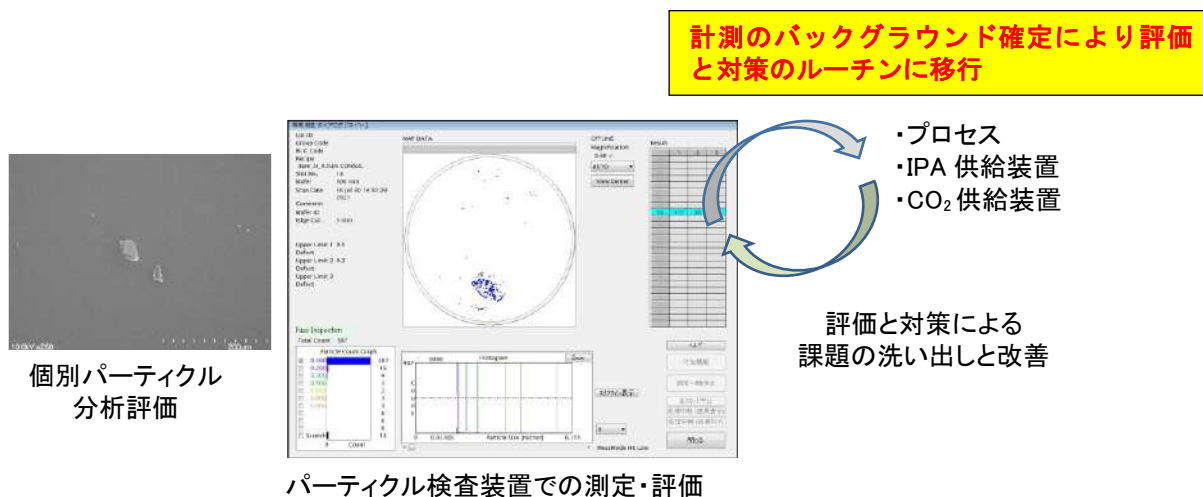


図 26 産総研でのパーティクルの評価

最終章 全体総括

研究開発の成果

【1】乾燥工程の処理時間を短縮する技術の開発：

処理時間 4 分未満/枚、120 枚/時/ユニット（15 枚×8 容器）を達成

【2】コンタミを削減する技術の開発：

メタルコンタミ 各種金属元素濃度 5×10^{10} 以下 (atoms/cm²) を確認

【3】処理結果を評価する技術の開発：

メタルコンタミ 各種金属元素濃度 5×10^{10} 以下 (atoms/cm²) を確認

微細構造ウエハ（5nm ノード）のダメージがないことを確認

パーティクルの削減については、超臨界乾燥装置を設置する場所が、どの程度清浄なのかといった環境の影響等も考えられるため、高度なクリーン環境内で洗浄装置と連動させて乾燥処理したウエハのパーティクル測定を実施する必要があり、追加研究の実施を調整する。

知財戦略

先行試作機を用いて現在8件の国内特許を出願し、さらに本研究開発の成果を用いて2件の特許出願を準備している（表1）。出願済の2件は早期審査請求を行い、特許登録済である。登録済の特許は、商品機に搭載している。8件の特許出願のうち6件の国内出願は、2件にまとめて国際特許出願を行っている。

表1 令和4年5月の特許出願状況

No	特許番号	内 容	備 考
1	特開2021-093389	名称「ウエハ処理装置」上チャンバー回転技術	国際特許1
2	特許6959668	名称「ウエハ処理装置」→ 商品機に搭載	
3	特開2021-125667	名称「ウエハ処理装置」上部ヒーター回転技術	
4	特開2021-163823	名称「ウエハ処理装置、及び流体排出装置」置換時間短縮	国際特許2
5	特開2021-163905	名称「ウエハ処理装置」排気時間短縮	
6	特許6953041	名称「ウエハ処理装置、流体供給装置、及び流体供給方法」→ 商品機に搭載	
7	特開2021-118329	名称「ウエハ処理装置」気流制御	
8	特開2022-007020	名称「ニードルバルブ」	
9	準備中	本研究開発の成果による技術1（配管洗浄）	
10	準備中	本研究開発の成果による技術2（熱泳動力）	

事業化展開

半導体チップの高性能化は、微細化と多層化で進展し、EUV露光装置の登場によってさらなる微細化が進んでおり、川下企業（顧客）である半導体装置企業は、表面張力の少ない乾燥技術を求めている。現在超臨界乾燥装置は、半導体製造装置企業だけではなく、半導体製造企業からも引き合いがある。今後は、追加研究で装置の改良や環境の改善等を行い、川下ニーズに合致したコンタミの少ない装置を完成させ、事業化を進めていく。

また、MEMS用途での技術展開による事業化や、本研究開発で開発した自動循環のIPA精製器を商品化し、研究所等に対してレクザムが販売している既存の超臨界乾燥装置（ロボ機）とのセット販売を予定している。

以 上