

超LSI用低誘電率層間絶縁膜材料HSG-255

Interlayer Dielectric Material HSG-255 with Low Dielectric Constant for ULSI

桜井治彰* Haruaki Sakurai 阿部浩一** Koichi Abe
野部 茂* Shigeru Nobe 榎本和宏* Kazuhiro Enomoto

LSIの高性能化に伴い、配線材料は従来のアルミニウム (Al) からより抵抗率の低い銅 (Cu) へと転換が図られており、配線間容量低減のため、層間絶縁膜は従来のSiO₂ (比誘電率: 4.1) よりも低い比誘電率を有する材料が求められている。Cu配線技術は量産が開始されているが、低誘電率層間絶縁膜の導入は技術的課題の高さから後ろ倒しになっている。これは比誘電率3以下の低誘電率膜、特に膜中に空孔を導入した多孔質低誘電率膜の機械強度が従来のSiO₂と比較して1/10程度まで低下しており、CMP (Chemical Mechanical Polishing) やパッケージングといった応力のかかるプロセスに適合しないことが主因である。当社では上記課題を解決すべく、骨格組成、反応条件を最適化すると共に新しい空孔導入技術を適用することにより、低誘電率でありながら高強度・高密着性を有する塗布型シリカ系低誘電率層間絶縁膜材料HSG-255を開発した。また、HSG-255を用いたウェハプロセスおよびパッケージングプロセスの適合性を確認した。

Higher performance large scale integrated circuits (LSIs) require copper (Cu) instead of aluminum (Al) as a wiring metal because of its superior electrical conductivity. These circuits also require lower dielectric constant ($k < 3.0$) dielectrics to decrease line-to-line capacitance. Interconnections with Cu wiring are already being mass produced; however, the introduction of low-k dielectrics, especially porous ones, is being delayed. Poor mechanical strength in the porous low-k materials is responsible for the delay, causing such problems as delamination and cohesive fracture of themselves during the chemical mechanical polishing (CMP) and packaging processes. We have developed a siloxane based spin-on type low-k material named HSG-255 with a higher mechanical strength and a better adhesion to other layers, by optimizing the siloxane skeleton composition and by developing a new pore introduction technology. The applicability of HSG-255 to the wafer and packaging processes has been demonstrated.

〔1〕 緒 言

近年、ネットワーク社会の広がりと共に、LSIに対する高性能化（高集積化、チップサイズの縮小、高速化、低消費電力化など）の要求は多岐にわたり、その要求の度合いを増している。この要求に対し、半導体メーカーでは国際半導体技術ロードマップ¹⁾ (ITRS) にのっとり、世代ごとに配線の微細化と多層化を実現している。しかし、配線の微細化に伴い、従来プロセスの延長では配線層における信号遅延が大きく（支配的に）なり、LSIの高速化を妨げる²⁾。この配線遅延時間は配線抵抗と配線間容量に比例するため、LSIのさらなる高性能化には配線の低抵抗化と配線間容量の低減が必要不可欠となる²⁾。配線の低抵抗化に関しては、従来のアルミニウム (Al) から、より低抵抗な銅 (Cu) 配線の検討が本格化しており、いくつかのメーカーではCu配線を用いたデザインルール130nm世代のLSIの量産を開始している。一方、配線間容量の低減に関しては、層間絶縁膜の低誘電率化が必要となるが、その実現は一部を除いて比誘電率3.7程度のFSG (Fluorinated Silicate Glass) 膜にとどまっております、比誘電率3.0以下の低誘電率層間絶縁膜の導入は後ろ倒しになっている。

Cuはこれまで広く利用されてきたドライエッチング法によ

る配線形成が困難であるため、Cu配線の形成にはダマシン法が採用されている。ダマシン法はあらかじめレジストをマスクとして層間絶縁膜にドライエッチングで配線用の溝を形成し、この上にCuを堆積した後、配線溝以外のCuをCMP (化学機械研磨: Chemical Mechanical Polishing) によって除去し、Cu配線を形成する方法である (図1)。このCMPプロセスでは配線上に形成された余分なCuを、ウェハに荷重をかけながらスラリとパッドを使って研磨除去するため、層間絶縁膜には上からの圧力と横からの力 (剪 (せん) 断応力) といったストレスがかかる (図2)。そのため、Cu配線とAl配線のLSIでは層間絶縁膜に対する要求特性は大きく異なる。Cu配線に用いられる層間絶縁膜はAl配線で要求された配線間の埋め込み性や平坦化特性は不要であり、CMPプロセスに耐える機械強度と上下層との密着性が要求される。このCMPプロセスへの適合性 (Cu-CMP耐性) が低誘電率膜を導入する上での技術課題の1つとなっている。

半導体のプロセス技術動向によるとデザインルール90nm世代の層間絶縁膜では比誘電率3.0以下、65nm世代では2.4以下が求められている¹⁾。低誘電率化には耐熱性を有する材料に空孔 (空気の比誘電率: 1) を導入する方法、いわゆる多孔質 (ポラス) 化が一般的となる。しかし、空孔を導入す

*当社 半導体材料事業部門 **当社 総合研究所

項目	Al配線形成プロセス (ギャップフィル法)	Cu配線形成プロセス (ダマシン法)
レジスト形成		
加工		
成膜		
配線形成		

図1 AlおよびCu配線形成方法 配線金属の変更に伴う配線形成方法の違いにより、層間絶縁膜に要求される特性が異なる。Cu配線に用いられる層間絶縁膜にはCMP耐性が重要となる。

Fig. 1 Integration of Al and Cu interconnections
Applicability to the Cu-CMP process was a key point for selecting interlayer dielectric (ILD) films with a low dielectric constant for Cu interconnection.

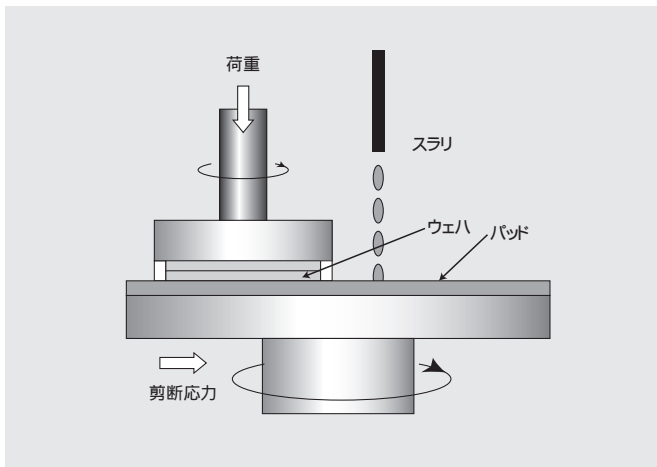


図2 Cu-CMP装置概略 配線上に形成された余分なCuをウェハに荷重をかけながらスラリーとパッドを使って研磨除去する。層間絶縁膜には上からの圧力と横からの力(剪断応力)がかかる。

Fig. 2 Cu-CMP apparatus

Interlayer dielectrics were subjected to high mechanical stresses of down force and shear force during the Cu-CMP process.

るとその機械強度は著しく低下し、低誘電率化とCMP耐性の両立は困難を極める。事実、従来の多孔質低誘電率絶縁膜は機械強度および密着性が不十分であり、CMPプロセス中に剥(はく)離や膜内部での破壊が多発し、歩留まりの低下を招いている。

このため、近年、低荷重研磨が可能なCu研磨用スラリーやCMP装置の開発が行われており、CMPプロセス時のストレスを低減させる動きにある。しかしながら、その後のパッケージングプロセスにおいても、ダイシング、ワイヤボンディング、モールドングなどに際して種々の機械的ストレスが加わることを考慮すると、層間絶縁膜自身の高機械強度化と高密着性は必須であると考えられる。

そこで当社では、骨格組成、反応条件を最適化すると共に新しい空孔導入技術を適用することにより、高強度・高密着性を有するシリカ系低誘電率層間絶縁膜形成用塗布液HSG-255を開発した。以下、HSG-255の硬化膜特性、HSG-255を用

いたウェハプロセスとパッケージングプロセスの適合性の評価結果を報告する。

〔2〕 低誘電率層間絶縁膜HSG-255の開発

2.1 CMP耐性の評価方法と目標値の選定

従来の多孔質低誘電率層間絶縁膜は空孔の導入に伴う機械強度の低下と密着性不足により、特にCu-CMP耐性に問題があった。図3にCu-CMP時の不良モードの分類を示す。この不良モードの発現は材料組成によって異なり、密着力の劣る層間絶縁膜ではキャップ膜と層間絶縁膜間の剥離もしくは層間絶縁膜と下地膜間の剥離、機械強度の劣る層間絶縁膜では層間絶縁膜自身の破壊、いわゆる凝集破壊が起こる。CMP耐性を向上させるためには層間絶縁膜の密着性と機械強度の向上が鍵となる。しかしながら、機械強度および密着性とCMP耐性との相関が不明確であったため、種々の測定方法を検討した上で、それぞれに適した評価方法としきい値を設定し、材料開発の指針とした。

近年、Cu-CMPの結果と評価法の相関が種々の機関から報告され始めている。たとえば、2001年のIITC (International Interconnect Technology Conference)において、Cu-CMPとナノインデンテーション法により求めたヤング率に良好な相関関係が存在することが、半導体コンソーシアムであるInternational SEMATECHから報告されている³⁾。その報告によると、5GPa以上のヤング率を有する層間絶縁膜はブランケットであっても、配線を形成してあっても、CMP耐性があるというものである。しかし、我々の検討ではいくつかの例外が存在することが明らかとなった。

本検討では層間絶縁膜の膜内部の破壊、いわゆる凝集破壊に関しては、機械強度の1つの指標としてナノインデンテーション法によるヤング率を用いた。CMP評価サンプルは、8インチシリコン基板上に層間絶縁膜、キャップ膜、バリア膜とCu膜を積層したものである。Cu-CMP実験は当社の砥粒フリースラリーを用い、8インチロータリー式研磨装置で荷重10kPaの条件で行った。図4に層間絶縁膜のヤング率、比誘電率とCu-CMPの相関を示す。図4より、ヤング率が4GPa以上では凝集破壊は起こらないことが確認された。しかし、4GPa以上を満足していても、上層もしくは下層の膜との密着

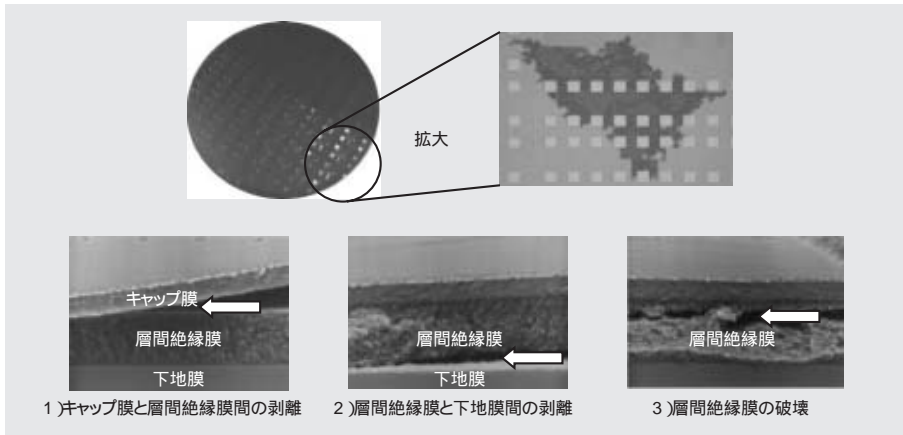


図3 Cu-CMP時の不良モードの分類（上図：不具合部位の拡大写真，下図：断面写真）機械強度と密着性の劣る層間絶縁膜では，Cu-CMP時のストレスにより層間絶縁膜に関連する剥離や破壊が発生する。

Fig. 3 Defect modes caused by the Cu-CMP process

Interlayer dielectrics with low mechanical strength and poor adhesion delaminated or fractured.

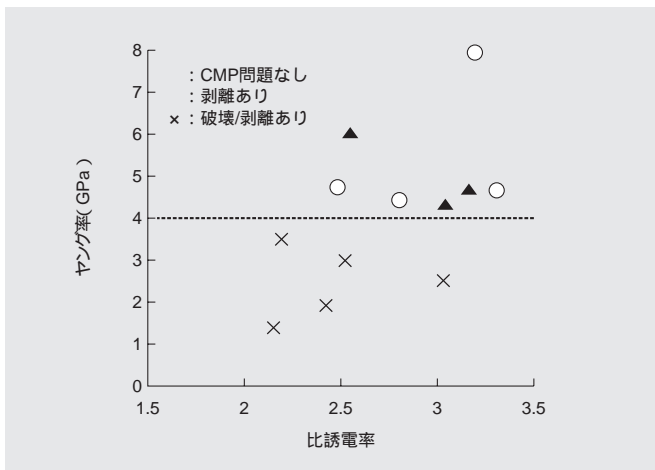


図4 層間絶縁膜の比誘電率，ヤング率とCu-CMP耐性の相関 層間絶縁膜の膜破壊を防止できるのは機械強度の指標であるヤング率が4GPa以上の場合である。

Fig. 4 Relationship between Young's modulus or dielectric constant of porous low-k material and its Cu-CMP performance

Low-k materials as interlayer dielectrics that demonstrate no cohesive fracture have Young's modulus of over 4GPa.

性の劣る層間絶縁膜では，CMP時に剥離が起こることが確認された。すなわち，ナノインデンテーション法で求めたヤング率は凝集破壊の指標として有用であるが，ヤング率のみでCMP耐性を議論できないことを示している。

上層もしくは下層膜との密着力評価に関しては，ピール試験で求めたピール強度を指標とした。図5に層間絶縁膜のピール強度，比誘電率とCu-CMPの相関を示すが，ピール強度が0.3N/mm以上であればCu-CMP時に剥離や破壊といった問題が起こらないことがわかる。本法はCMPと非常に良い相関があることがわかった。

以上の検討より，層間絶縁膜の開発目標を比誘電率2.5未満，ヤング率4GPa以上，ピール強度0.3N/mm以上と設定した。

2.2 HSG-255の開発

層間絶縁膜材料はその構造により，主鎖構造がSi-O構造からなるシロキサン樹脂と芳香族炭化水素構造を有する有機ポリマ樹脂とに大別される。また成膜方法の違いにより，塗布法（SOD：Spin On Dielectric）と化学気相蒸着法（CVD：Chemical Vapor Deposition）に分類される。当社では1980年代より層間絶縁膜材料を開発し，塗布型シロキサン系高平坦

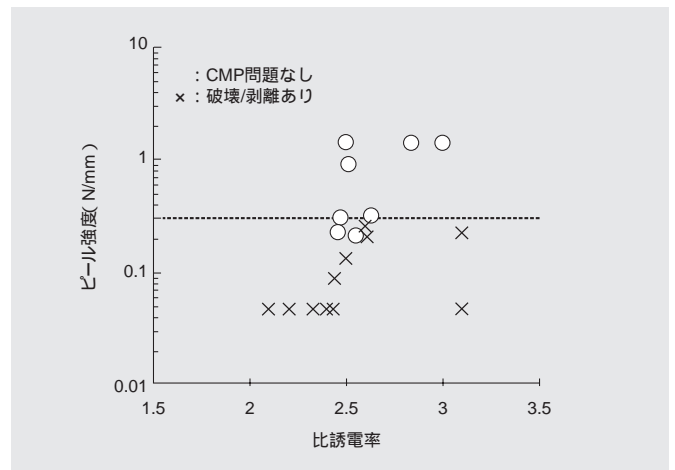


図5 層間絶縁膜の比誘電率，ピール強度とCu-CMP耐性の相関 ピール強度が0.3 N/mm以上であれば，Cu-CMP時の不具合は起こらない。

Fig. 5 Relationship between peel strength or dielectric constant of porous low-k material and Cu-CMP performance

A low-k material that has over 0.3 N/mm peel strength passed Cu-CMP without delamination or cohesive fracture.

化層間絶縁膜材料HSG-R7を上市している。今回，HSG-R7で培った技術を基に高強度と高密着性を有する塗布型シロキサン樹脂の開発を検討した。

比誘電率2.5を下回ると材料単体で比誘電率と耐熱性をクリアする材料は少なく，低誘電率化には耐熱性を有する材料に空孔（空気の比誘電率：1）を導入する方法（多孔質化）が一般的である。図6には一般的な耐熱材料に空孔を導入した際の，空孔率と比誘電率およびヤング率の相関を示す。比誘電率は空孔（空気）の導入量にほぼ比例して低下するのに対し，機械強度の指標であるヤング率は空孔の導入に伴い急激に低下する。例えば，ヤング率は空孔を20%程度導入しただけで半分以下にまで低下する。そこで，層間絶縁膜の高機械強度化を達成するには，空孔導入前の耐熱材料の機械強度を向上させる分子設計と，機械強度の低下をできる限り抑制する空孔導入方法の開発が重要となる。

図7に機械強度向上の概念図を示す。当社では基本骨格としてシリカ系（シロキサン）の樹脂を選択した。一般に比誘電率が3程度のシリカ系樹脂のヤング率は10GPa以下である。そこで，のためにシロキサンの基本骨格と機械強度の関係

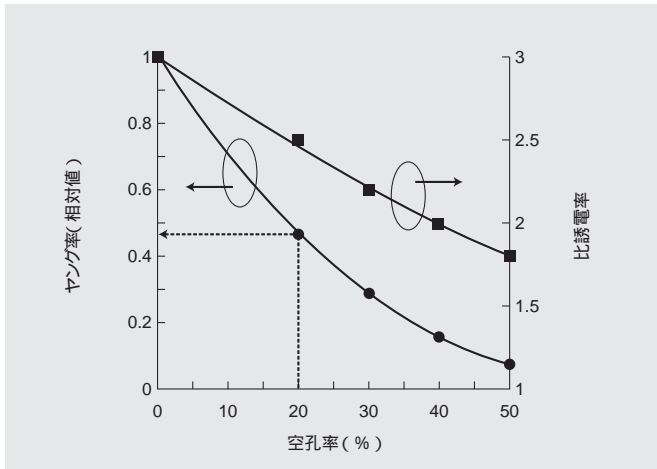


図6 空孔率とヤング率および比誘電率の相関 空孔導入量の増加と共に比誘電率はなだらかに低下するが、ヤング率は急激に低下する。

Fig. 6 Relationships between Young's modulus, dielectric constant, and porosity

With increasing porosity, the dielectric constant decreases gradually, but Young's modulus decreases far steeply.

を研究した結果、骨格に占めるSi-O結合の比率が高いほど機械強度が高くなることを見いだしたので、基本骨格をそのように設定した。特性の一例を挙げると、比誘電率3.1の基本骨格で、空孔導入前のヤング率20GPa以上とピール強度1N/mm以上を達成できた。

ついで、を検討した。空孔の導入に関しては従来より、熱分解性化合物、界面活性剤、発泡性化合物を導入して硬化膜作製時に空孔を形成する方法、あらかじめ空孔を有する中空粒子などを導入する方法や、硬化膜作製時に化学反応を利用して空孔を発現させる方法などが提案されている。当社ではそれらを含めた種々の方法を検討した結果、層間絶縁膜のヤング率は空孔形成方法に大きく依存し、従来から知られていた多くの方法では図7の実線で示すように急激に機械強度が低下することがわかった。当社では新規な空孔形成方法を開発すると共に、シロキサン骨格を最適化し、空孔導入による機械強度の急激な低減を抑制することに成功した。

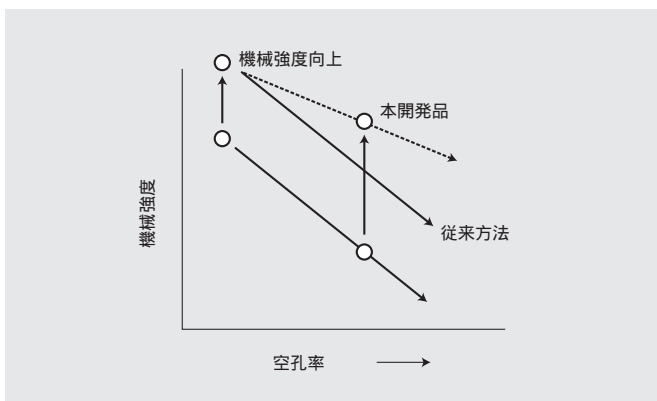


図7 機械強度向上の概念図 基本骨格の機械強度向上と、機械強度の低下をできる限り抑制する空孔導入方法の開発により、高機械強度を達成した。

Fig. 7 Scheme for improving mechanical strength of porous low-k material High mechanical strength was achieved by improving the strength of siloxane skeleton and developing a new method of introducing pores.

表1に新たに開発した高機械強度と高密着性を有するHSG-255の硬化膜特性を示す。本開発品は、比誘電率を2.3に低減しながら、ヤング率12GPaと、ピール強度1N/mm以上を実現している。

〔3〕 低誘電率層間絶縁膜HSG-255のプロセス適合性

3.1 HSG-255のCMP耐性

図8にはヤング率の異なる層間絶縁膜を用いたCu積層膜を、Cu-CMP時の研磨荷重を変化させて研磨した結果を示す。CMP装置は市販の8インチ用ロータリータイプを、またスラリは当社の砥粒フリーCuスラリを用いた。ヤング率の低い絶縁膜では研磨荷重を低減しても剥離もしくは凝集破壊を生じるが、ヤング率12GPaとピール強度1N/mmを両立する本開発品では、高荷重で研磨を行っても剥離などの問題は生じない。本検討品はCMPプロセスで幅広い荷重条件のマーヅンを持つ材料であることが確認できた。

表1 HSG-255の硬化膜特性 HSG-255はCMP耐性を達成するためのヤング率とピール強度の目標値を大幅にクリアする。

Table 1 Film properties of HSG-255

HSG-255 has easily exceeded the targets for Young's modulus and peel strength to achieve Cu-CMP performance.

項目	単位	目標値	HSG-255	HSG-R7	備考(測定方法)
種類			ポラス(多孔質)	ノンポラス(非多孔質)	
比誘電率		< 2.5	2.3	2.9	1MHz
ヤング率	(GPa)	> 4	12	4.7	Nano-indentation法
ピール強度	(N/mm)	> 0.3	> 1	< 0.1	ピール試験

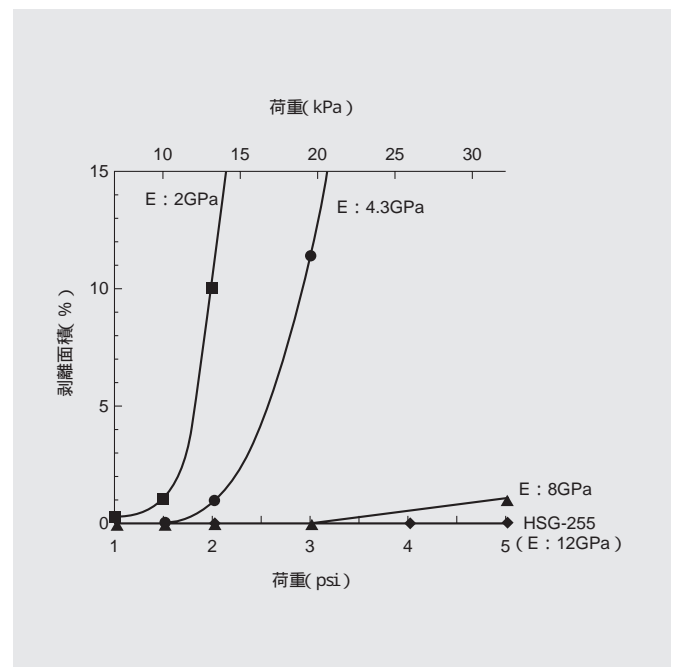


図8 ヤング率(E)の異なる層間絶縁膜のCMPにおける研磨荷重と剥離面積の関係 HSG-255は30kPaの高荷重研磨においても剥離が認められない。

Fig. 8 Relationship between down force and delamination rate in the CMP process for interlayer dielectrics of various Young's moduli

HSG-255 passed Cu-CMP without delamination or cohesive fracture even at a 30 kPa down force.

図9にはパターンウェハ研磨後のウェハの写真を示す。パターンウェハでもCMPプロセスに問題ないことを確認できた。

3.2 HSG-255のウェハプロセス

HSG-255の配線形成プロセスを検討した。層間絶縁膜にHSG-255を用い、エッチングストッパー層を形成しない(エッチングストップパレス)で加工を行った積層構造の断面SEM写真を図10に示す。加工形状は良好であり、エッチングおよびアッシングプロセスに問題がないことがわかる。

図11にはHSG-255と、CVD法で成膜したシロキサン樹脂(SiOC膜)を層間絶縁膜に用いた場合の配線間容量の比較を示す。その結果から実効誘電率は設計値をほぼ再現し、加工時に層間絶縁膜の劣化が起こっていないことを確認できた。また積層構造と膜厚は異なるが、配線間容量は比誘電率が2.9であるSiOC層間絶縁膜に比較して13%低下しており、層間に低誘電率材料を適用した効果を確認できた。

本開発品HSG-255はいくつかのコンソーシアム(共同開発組合)とデバイスメーカーでインテグレーション評価が開始されている。特に株式会社 半導体先端テクノロジーズ(Selete)は、今年開催されたIITC⁵⁾、VLSIシンポジウム⁶⁾やADMETA⁷⁾において、65nmノード用高機械強度シリカ系膜の有効候補材の一つとしてHSG-255の300mmウェハを用いた基本膜特性、CMPなどのインテグレーションデータや電気特性を報告した。SeleteによるとHSG-255は300mmウェハによる2層配線積層において、問題なく積層できることが示されている。図12にSeleteの評価結果の一例として、2層配線の断面SEM写真を示す。

3.3 HSG-255のパッケージングプロセス

ウェハプロセスではCMPプロセスへの対応が問題とされていたが、ウェハプロセス以降のパッケージングプロセスではダイシング、ワイヤボンディング、モールドイングのプロセスも低誘電率材料を導入する上での大きな問題である⁸⁾。特

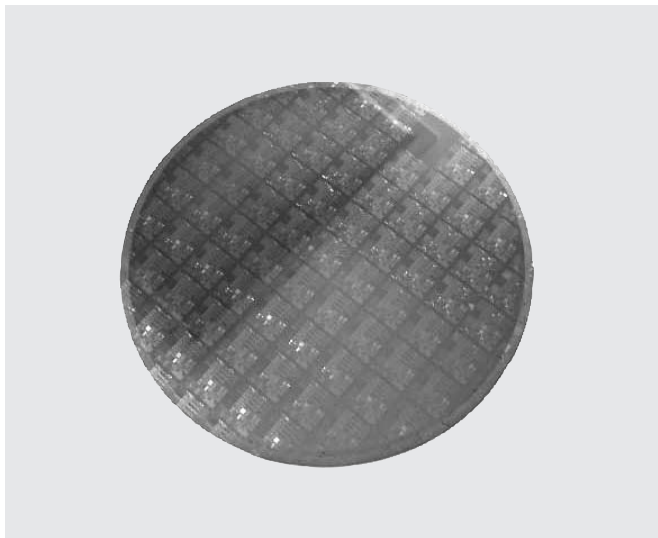


図9 HSG-255を用いた配線のCMP後のウェハ ウェハ全面に剥離が見られない。

Fig. 9 Surface view of Cu/HSG-255 interconnection

No delamination and cohesive fracture were observed on whole the surface.

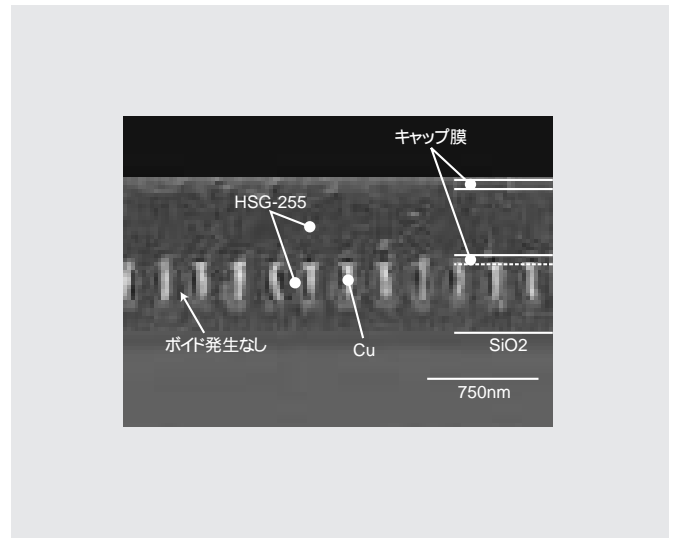


図10 HSG-255を用いた配線の断面形状(ライン/スペース:120/120nm) 形状は良好であり、層間絶縁膜にボイドの発生は見られない。

Fig. 10 Cross-sectional SEM of Cu/HSG-255 interconnection (line/space :120 nm/120 nm)

The profile was good, and no voids in the low-k films were observed.

提供: 株式会社 日立製作所 中央研究所殿

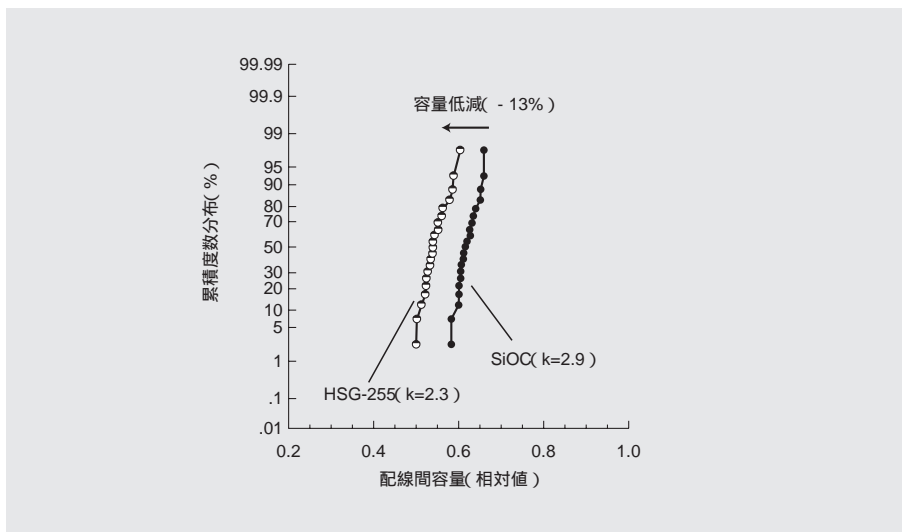


図11 HSG-255を用いた配線の配線間容量 SiOC膜に比較して、HSG-255では配線間容量が13%低減している。

Fig. 11 Wiring capacitance distribution of Cu/HSG-255 interconnection

Wiring capacitance for HSG-255 is 13% less than that for the conventional SiOC.

提供: 株式会社 日立製作所 中央研究所殿

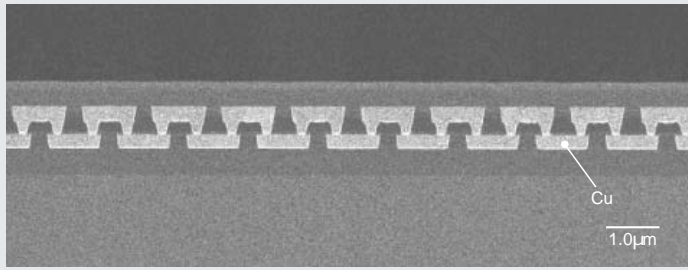


図12 HSG-255を用いた2層配線の断面形状
形状は良好であり、層間絶縁膜にボイドの発生は見
られない。

Fig. 12 Cross-sectional SEM of Cu/HSG-255
interconnection

The profile was good, and no voids in the low-k films
were observed.

提供：株式会社 半導体先端テクノロジーズ(Selete)殿

に、ワイヤボンディングでは1点に大きな荷重が集中する
だけでなく、引張り強度も必要であるため、CMPプロセスと同
様にもしくはそれ以上に層間絶縁膜の機械強度と密着性が重
要である。

層間絶縁膜の機械強度が弱いとダイシング中に剥離もしく
はクラックが発生することが報告されている。図13にはダイ
シングメーカーで検討したダイシング形状の写真を示す。ダ
イシングは量産標準条件で行ったが、HSG-255ではダイシン
グ中の剥離やクラックは観測されず、HSG-255はダイシング
耐性がある材料であることを確認できた。また、チップング
は問題のないレベルであった。現在、ワイヤボンディング以
降について確認中である。

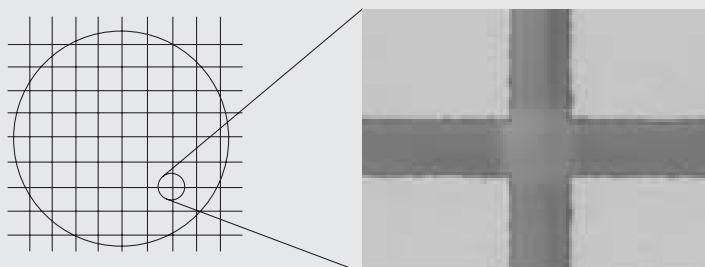
〔4〕 結 言

基本骨格を最適化すると共に新規な空孔形成方法を採用す
ることにより、デザインルール65nm以降のLSIに対応可能な
、低誘電率加えて、機械強度と密着性に優れるシリカ系層間絶
縁膜材料HSG-255を開発した。また、HSG-255はCMPプロセ
スで幅広いマージンを持つ材料であることを確認できた。さら
に、HSG-255を用いた1層配線を形成し、層間に低誘電率層
間絶縁膜を適用した効果を確認できた。

今後はパッケージングプロセス評価を早期に進め、HSG-
255が65nm用層間絶縁膜として適用可能なことを実証し、実
用化を促進させたい。

参考文献

- 1) Semiconductor Industry Association, "International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS) 2001"
- 2) <http://public.itrs.net/>
- 3) S. Lin et al.: "Low-k Dielectrics Characterization for Damascene Integration" IITC, 146 (2001)
- 4) T. Jacobs et al.: "Voiding in Ultra Porous Low-k Materials Proposed Mechanism, Detection and Possible Solutions" IITC, 236 (2002)
- 5) S. Kondo et al.: "Low-Pressure CMP for Reliable Porous Low-k / Cu Integration" IITC, 86 (2003)
- 6) S. Sone et al.: "Impacts of High Modulus Ultra Low-k/Cu 300 mm-wafer Integrations for 65 nm Technology Node and Beyond" VLSI, 125 (2003)
- 7) N. Ohashi et al.: "Systematic Study on Porosity Effects of MSQ Films on Cu/Low-k Integration" ADMETA, 8 (2003)
- 8) M. Pasco et al.: "Packaging Assessment of Porous Ultra Low-k Materials" IITC, 113 (2002)



切断部位

図13 HSG-255を用いた2層配線のダイシン
グ結果 剥離、クラックなどの不具合は見られ
ない。

Fig. 13 Dicing results of 2-level interconnection for
HSG-255

No delamination and cracks were observed.