

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-168042

(P2014-168042A)

(43) 公開日 平成26年9月11日(2014.9.11)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 L 21/66 (2006.01)	HO 1 L 21/66 N	2 GO 4 7
GO 1 N 29/00 (2006.01)	GO 1 N 29/18	4 M 1 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 14 O L (全 21 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2013-232352 (P2013-232352)</p> <p>(22) 出願日 平成25年11月8日 (2013.11.8)</p> <p>(31) 優先権主張番号 特願2013-17810 (P2013-17810)</p> <p>(32) 優先日 平成25年1月31日 (2013.1.31)</p> <p>(33) 優先権主張国 日本国(JP)</p> <p>(出願人による申告) 平成23年度、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構、「ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造ナノ電子デバイス技術開発/シリコンウェーハ中の原子空孔濃度定量評価技術の研究開発」に係る委託研究、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願</p>	<p>(71) 出願人 304027279 国立大学法人 新潟大学 新潟県新潟市西区五十嵐2の町8050番地</p> <p>(74) 代理人 100080089 弁理士 牛木 護</p> <p>(74) 代理人 100161665 弁理士 高橋 知之</p> <p>(72) 発明者 後藤 輝孝 新潟県新潟市西区五十嵐2の町8050番地 国立大学法人新潟大学 大学院自然科学研究科内</p>
--	---

最終頁に続く

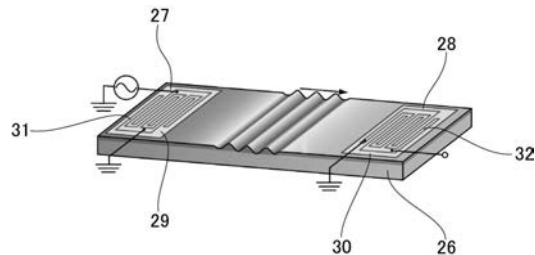
(54) 【発明の名称】 シリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】シリコンウェーハ表層中の原子空孔を評価するための新たな方法と装置を提供する。

【解決手段】シリコン試料6の同一面に圧電薄膜29, 30を介して一対の櫛状の櫛状電極31, 32を形成する素子形成工程と、シリコン試料6を冷却して外部磁場を印加しながら櫛状電極の一方31から超音波パルスを発振するとともにシリコン試料6の表面を伝播した超音波パルスを櫛状電極の他方32により受信し、櫛状電極の一方31から発振された超音波パルスと櫛状電極の他方32により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出工程と、位相差に基づきシリコン試料6の表層の弾性定数を求め、温度に対する弾性定数の変化又は磁場強度に対する弾性定数の変化に基づいてシリコン試料6の表層中の原子空孔を評価する評価工程とを備えた。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

シリコン試料の同一表面上に対向した一对の表面超音波素子を形成する素子形成工程と、前記シリコン試料を冷却して外部磁場を印加しながら前記表面超音波素子の一方から超音波パルスを発振するとともに前記シリコン試料の表面を伝播した超音波パルスを前記表面超音波素子の他方により受信し、前記表面超音波素子の一方から発振された超音波パルスと前記表面超音波素子の他方により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出工程と、前記位相差に基づき前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s を求め、温度に対する弾性定数 C_s の変化又は磁場強度に対する弾性定数 C_s の変化に基づいて前記シリコン試料の表層中の原子空孔濃度 N を評価する評価工程とを備えたことを特徴とするシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

10

【請求項 2】

前記検出工程は、10 mK ~ 20 K の温度で行われることを特徴とする請求項 1 記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

【請求項 3】

前記検出工程は、0 ~ 10 T の磁場強度で行われることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

【請求項 4】

前記表面超音波素子は、前記シリコン試料上に形成された圧電薄膜と、この圧電薄膜上に形成された櫛状電極とから形成されたことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

20

【請求項 5】

前記圧電薄膜は酸化亜鉛、窒化アルミニウム又はポリフッ化ビニリデンからなり、前記櫛状電極は Al 又は Cu からなることを特徴とする請求項 4 記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

【請求項 6】

前記シリコン試料は銀板上又は銀フィルム上に貼付されたことを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

【請求項 7】

前記評価工程において、前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s の低温ソフト化量 C_s / C_s を求め、低温ソフト化量 $C_s / C_s = 1 \times 10^{-4}$ に対して原子空孔濃度 $N = (1.6 \pm 0.2) \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ が相当することに基いて原子空孔濃度 N を決定することを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

30

【請求項 8】

前記評価工程において、前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s の 10 ~ 50 mK の範囲内における極低温での一定温度で 0 ~ 10 テスラの磁場を印加したときの磁場強度の変化に依存した変化量 C_s / C_s を求め、変化量 $C_s / C_s = 1 \times 10^{-4}$ に対して原子空孔濃度 $N = (1.6 \pm 0.2) \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ が相当することに基いて原子空孔濃度 N を決定することを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法。

40

【請求項 9】

超音波発振部と超音波受信部とを形成したシリコン試料と、前記シリコン試料に対し外部磁場を印加する磁力発生手段と、前記シリコン試料を冷却する冷却手段と、前記超音波発振部から発振された超音波パルスと、前記シリコン試料を伝播して前記超音波受信部により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出手段とを備え、前記超音波発振部と前記超音波受信部は、前記シリコン試料の表面に形成された圧電薄膜上に形成された櫛状電極であって、前記シリコン試料の同一面に形成されたことを特徴とするシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置。

【請求項 10】

50

前記圧電薄膜は酸化亜鉛、窒化アルミニウム又はポリフッ化ビニリデンからなり、前記櫛状電極はA l又はC uからなることを特徴とする請求項9記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置。

【請求項11】

前記シリコン試料は銀板上又は銀フィルム上に貼付されたことを特徴とする請求項9又は10記載のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置。

【請求項12】

請求項1～8のいずれかに記載の原子空孔評価方法により評価された表層中の原子空孔濃度が表示されるとともに、表層中の原子空孔濃度がバルク中の原子空孔濃度とは区別して表示されたことを特徴とするシリコンウェーハ。

10

【請求項13】

シリコン試料の同一表面上に対向した一对の表面超音波素子を形成する素子形成工程と、前記シリコン試料を冷却して外部磁場を印加しながら前記表面超音波素子の一方から超音波パルスを発振するとともに前記シリコン試料の表面を伝播した超音波パルスを前記表面超音波素子の他方により受信し、前記表面超音波素子の一方から発振された超音波パルスと前記表面超音波素子の他方により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出工程と、前記位相差に基づき前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s を求め、温度に対する弾性定数 C_s の変化又は磁場強度に対する弾性定数 C_s の変化に基づいて前記シリコン試料の表層中の原子空孔濃度Nを評価する評価工程とを備えたことを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。

20

【請求項14】

請求項13記載のシリコンウェーハの製造方法により製造されたことを特徴とするシリコンウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法及び装置に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、DRAMやフラッシュメモリに代表される半導体素子(LSI: Large Scale Integration)は、通信機器等の高度化に伴い、多機能化、高品質化が進むとともに、携帯電話、携帯音楽プレイヤー、スマートフォンなどの普及によって、需要が急速に増加している。これに対応して、半導体素子の材料であるシリコンウェーハの需要も急速に増加しており、今後も増加すると予想される需要に対応するべく、高品質のシリコンウェーハを効率的に生産することができる技術が求められている。

30

【0003】

因みに、半導体産業において、シリコンウェーハは、一般的にチョクラルスキー法(CZ法)やフロードゾーン(FZ法)で製造される。これらの方法で形成されたシリコンウェーハには、一定の割合で格子欠陥が含まれる。この格子欠陥は、主に格子中のシリコン原子1個が抜けた原子空孔と格子の不規則な位置にシリコン原子が入った格子間原子からなる点欠陥である。とくに点欠陥である原子空孔が集合し二次欠陥であるポイドを形成すると、シリコンウェーハを用いて製造するデバイスの電気特性や歩留まりに悪影響を及ぼすことになる。従って、上記したような通信機器等に用いられるいわゆるハイエンド・デバイスの製造には、加工を施したアニールウェーハ、エピタキシャルウェーハ、及び、二次欠陥であるポイドの成長を抑制した完全結晶シリコンウェーハが使われている。

40

【0004】

ところが、アニールウェーハは、表面層のポイド欠陥を除去するために、基板ウェーハにアニール処理を施すものである。また、エピタキシャルウェーハは、ウェーハ上に不純物濃度と厚みを精密に制御したエピタキシャル層を形成するものである。すなわち、アニールウェーハ、及び、エピタキシャルウェーハでは、いずれもシリコンインゴットから切

50

り出したシリコンウェーハに対し二次加工をする必要があるため、生産工数が増加することとなり、効率的にシリコンウェーハを生産することは困難である。また、アニールウェーハ、及び、エピタキシャルウェーハでは、大口径のウェーハ上（現在の300mmウェーハや開発が進んでいる450mmウェーハ）へ、上記した二次加工を施すことが困難であるという問題もある。

【0005】

このような理由から、近年では、2次欠陥であるボイドの成長を抑制し、点欠陥である原子空孔と格子間原子のみとした完全結晶シリコンウェーハが実用化されている。但し、この完全結晶シリコンウェーハにおいても、デバイスの電気特性や歩留りを向上するためには、結晶インゴット内における原子空孔リッチの部分の領域と、格子間原子リッチの部分の領域を判定する必要がある。さらに、一つの原子空孔リッチの部分の領域の中においても、原子空孔濃度の分布をデバイス製造に先だって事前に評価することが必要である。

10

【0006】

したがって、点欠陥を制御した高品質CZシリコン結晶インゴットの成長技術の開発には超音波計測による原子空孔濃度の定量評価が必要となっている。上記CZシリコン結晶インゴットをスライスして製造される完全結晶シリコンウェーハ中の原子空孔の存在濃度を超音波計測によって予め評価することで、完全結晶シリコンウェーハを用いたデバイスの製造における特性制御が可能であり、歩留り向上に大きな寄与があると期待されている。

【0007】

本発明者らのうちの1人は、これまでに超音波計測を用いた原子空孔分析装置を提案している（特許文献1）。この原子空孔分析装置では、シリコン試料に外部磁場を印加し、冷却しながら結晶試料に超音波を通過させて、シリコン試料での超音波音速変化とシリコン試料の冷却温度との関係を示す曲線の急峻な落ち込み量に基づいて、原子空孔濃度を求めるものである。

20

【0008】

ところで、デバイス製造ではシリコンウェーハ表層の1~3 μm だけを用いているので、半導体産業では、デバイス動作領域を含むウェーハ表層の原子空孔を計測したいとの強い要請がある。しかし、シリコンウェーハ内部の原子空孔濃度とは区分して、シリコンウェーハ表層中の原子空孔を計測する技術は今まで知られていなかった。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】特開平7-174742号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

そこで本発明は、上記した問題点に鑑み、シリコンウェーハ表層中の原子空孔を評価するための新たな方法と装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

40

【0011】

本発明のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法は、シリコン試料の同一表面上に対向した一对の表面超音波素子を形成する素子形成工程と、前記シリコン試料を冷却して外部磁場を印加しながら前記表面超音波素子の一方から超音波パルスを発振するとともに前記シリコン試料の表面を伝播した超音波パルスを前記表面超音波素子の他方により受信し、前記表面超音波素子の一方から発振された超音波パルスと前記表面超音波素子の他方により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出工程と、前記位相差に基づき前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s を求め、温度に対する弾性定数 C_s の変化又は磁場強度に対する弾性定数 C_s の変化に基づいて前記シリコン試料の表層中の原子空孔濃度 N を評価する評価工程とを備えたことを特徴とする。

50

【0012】

また、前記検出工程は、20 mK ~ 20 Kの温度で行われることを特徴とする。

【0013】

また、前記検出工程は、0 ~ 9 Tの磁場強度で行われることを特徴とする。

【0014】

また、前記表面超音波素子は、前記シリコン試料上に形成された圧電薄膜と、この圧電薄膜上に形成された櫛状電極とから形成されたことを特徴とする。

【0015】

また、前記圧電薄膜は酸化亜鉛、窒化アルミニウム又はポリフッ化ビニリデンからなり、前記櫛状電極はAl又はCuからなることを特徴とする。

10

【0016】

また、前記シリコン試料は銀板上又は銀フィルム上に貼付されたことを特徴とする。

【0017】

また、前記評価工程において、前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s の低温ソフト化量 C_s / C_s を求め、低温ソフト化量 $C_s / C_s = 1 \times 10^{-4}$ に対して原子空孔濃度 $N = (1.6 \pm 0.2) \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ が相当することに基いて原子空孔濃度 N を決定することを特徴とする。

【0018】

また、前記評価工程において、前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s の10 ~ 50 mKの範囲内における極低温での一定温度で0 ~ 10テスラの磁場を印加したときの磁場強度の変化に依存した変化量 C_s / C_s を求め、変化量 $C_s / C_s = 1 \times 10^{-4}$ に対して原子空孔濃度 $N = (1.6 \pm 0.2) \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ が相当することに基いて原子空孔濃度 N を決定することを特徴とする。

20

【0019】

本発明のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置は、超音波発振部と超音波受信部とを形成したシリコン試料と、前記シリコン試料に対し外部磁場を印加する磁力発生手段と、前記シリコン試料を冷却する冷却手段と、前記超音波発振部から発振された超音波パルスと、前記シリコン試料を伝播して前記超音波受信部により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出手段とを備え、前記超音波発振部と前記超音波受信部は、前記シリコン試料の表面に形成された圧電薄膜上に形成された櫛状電極であって、前記シリコン試料の同一面に形成されたことを特徴とする。

30

【0020】

また、上記において、前記圧電薄膜は酸化亜鉛、窒化アルミニウム又はポリフッ化ビニリデンからなり、前記櫛状電極はAl又はCuからなることを特徴とする。

【0021】

また、上記において、前記シリコン試料は銀板上又は銀フィルム上に貼付されたことを特徴とする。

【0022】

本発明のシリコンウェーハは、上記のいずれかに記載の原子空孔評価方法により評価された表層中の原子空孔濃度が表示されるとともに、表層中の原子空孔濃度とバルク中の原子空孔濃度が区別して表示されたことを特徴とする。

40

【0023】

本発明のシリコンウェーハの製造方法は、シリコン試料の同一表面上に対向した一对の表面超音波素子を形成する素子形成工程と、前記シリコン試料を冷却して外部磁場を印加しながら前記表面超音波素子の一方から超音波パルスを発振するとともに前記シリコン試料の表面を伝播した超音波パルスを前記表面超音波素子の他方により受信し、前記表面超音波素子の一方から発振された超音波パルスと前記表面超音波素子の他方により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出工程と、前記位相差に基づき前記シリコン試料の表層の弾性定数 C_s を求め、温度に対する弾性定数 C_s の変化又は磁場強度に対する弾性定数 C_s の変化に基づいて前記シリコン試料の表層中の原子空孔濃度 N を評価する評価

50

工程とを備えたことを特徴とする。

【0024】

本発明のシリコンウェーハは、上記のシリコンウェーハの製造方法により製造されたことを特徴とする。

【発明の効果】

【0025】

本発明のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法及び装置によれば、シリコンウェーハ内部の原子空孔濃度とは区分して、シリコンウェーハ表層中の原子空孔濃度を計測することができる。

【図面の簡単な説明】

10

【0026】

【図1】本発明のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置の実施形態において、シリコン試料を冷却する部分を示す概略図である。

【図2】同上シリコン試料をセッティングした試料ホルダー部の写真である。

【図3】同上シリコン試料の構成を模式的に示す斜視図である。

【図4】同上シリコン試料を示す写真である。

【図5】同上検出手段の構成を示すブロック図である。

【図6】ボロン添加CZウェーハ表層を伝播する表面超音波(SAW)の弾性定数 C_s の温度依存性を示すグラフである。

【図7】ボロン添加CZウェーハ表層を伝播する表面超音波(SAW)の弾性定数 C_s の磁場中温度依存性を示すグラフである。

20

【図8】ボロン添加CZウェーハ表層を伝播する表面超音波(SAW)の低温における弾性定数 C_s の磁場依存性を示すグラフである。

【図9】図7に示したボロン添加CZウェーハ表層を伝播する表面超音波(SAW)の弾性定数 C_s の磁場中温度依存性の理論解析を示すグラフである。

【図10】図8に示したボロン添加CZウェーハ表層を伝播する表面超音波(SAW)の弾性定数 C_s の磁場依存性の理論解析を示すグラフである。

【図11】(001)面を持つシリコン表面上を[100]方向に伝搬する表面弾性波の振動の様子を示すチャートである。

【図12a】表面超音波(SAW)が励起する変位ベクトル u_x 、 u_z に含まれる対称歪み成分 B 、 u 、 v 、 z_x の振動の様子を示すグラフであって、 B と z_x 及び u と v は相互に逆位相で振動しながらx方向に伝搬している様子を示す。

30

【図12b】表面超音波(SAW)が励起する変位ベクトル u_x 、 u_z に含まれる対称歪み成分 B 、 u 、 v 、 z_x の振動の様子を示すグラフであって、 B と z_x 及び u と v はz方向、すなわちシリコンウェーハ面内において、相互に逆位相で振動しながら減衰する様子を示す。

【図13a】表面超音波(SAW)が励起する変位ベクトル u_x 、 u_z に含まれる対称歪み成分 B 、 u 、 v 、 z_x の振動エネルギーの様子を示すグラフであって、x軸方向に進行するSAWのエネルギーを示す。x軸方向に進行するSAWのエネルギーは、時間に依存して振動しながら伝搬する部分 U_{total} と、時間に依存しない部分とから構成されている。

40

【図13b】表面超音波(SAW)が励起する変位ベクトル u_x 、 u_z に含まれる対称歪み成分 B 、 u 、 v 、 z_x の振動エネルギーの様子を示すグラフであって、時間に依存して振動する U_{total} のシリコンウェーハ内部への侵入の様子を示す。

【図14】表面超音波の温度変化(図6)とその磁場依存性(図7、図8)から原子空孔濃度を決定するために用いる理論解析(図9、図10)の基礎となる原子空軌道の量子状態の様子を示す説明図である。

【図15】理論解析(図9、図10)に用いた、四極子感受率の温度依存性と磁場依存性を示すグラフである。

【図16】表面超音波が誘起する対称化された弾性歪みと原子空孔軌道がもつ電気四極子

50

を示す説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0027】

以下、本発明のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法及び装置について、実施例に基づいて詳細に説明する。

【実施例1】

【0028】

[シリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置]

本実施例のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置の構成について説明する。

【0029】

本実施例のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置を示す図1において、装置1は、試料ホルダー部2、冷却手段としての希釈冷凍機3、磁力発生手段4、及び検出手段たる検出同軸ライン5を備える。この装置1は、全体として、試料ホルダー部2に設置したシリコン試料6に外部磁場を印加した状態で、該シリコン試料6を所定温度に冷却し、シリコン試料6の表層中を伝播した超音波パルスの音速を検出可能に構成されている。

【0030】

磁力発生手段4は、シリコン試料6に対し外部磁場を印加するため、シリコン試料6がセッティングされた位置を取り囲んで配置されている。磁力発生手段4としては、例えば、超伝導磁石を用いることができる。また、シリコン試料6に対し外部磁場を必要に応じて印加した状態で、シリコン試料6の表層中を伝播した超音波パルスの音速を検出するため、磁力発生手段4は、少なくとも0~10テスラの範囲で制御可能に構成されている。

【0031】

希釈冷凍機3は、試料ホルダー部2に設置したシリコン試料6を冷却し、少なくとも20mK~20Kの範囲で制御可能に構成されている。本実施例において、希釈冷凍機3は、 ^3He - ^4He 混合ガス系10と、 ^4He 系11の2系統からなり、デューワ12内を所定温度に冷却可能に構成されている。デューワ12は、内層12aと外層12bの二重構造を有し、この内層12aと外層12bとの間に真空の空間12cが形成されている。このデューワ12内には、液体の ^4He が貯留されている。

【0032】

^3He - ^4He 混合ガス系10は、希釈冷凍機3としての冷却能力を得るように構成されている。この ^3He - ^4He 混合ガス系10は、貯留タンク14、循環ポンプ15、コンデンサ16、混合器17、及び分留器18を備える。循環ポンプ15は、通常のポンプとは異なり、 ^3He が外気へ逃げないような構造がとられている。コンデンサ16は、循環ポンプ15から送り出された ^3He ガスを冷却して ^3He 濃厚相と ^3He 希薄相とに相分離するようになっている。

【0033】

混合器17は、希釈冷凍機3において最も温度が低い部分である。この混合器17内には、相分離した ^3He - ^4He 混合液の界面が存在する。混合器17内の上半分は、 ^3He 濃厚相であり、上記コンデンサ16から絶えず供給されている。また、混合器17内の下半分は ^3He 希薄相(濃度約6%で、残りが超流動 ^4He)であり、分留器18へとつながっている。この混合器17において、 ^3He は、エントロピーが大きい濃厚相から、エントロピーが殆どない希薄相に強制的に移動させられ、このときに生ずるエントロピー差によって、希釈冷凍機3の冷却能力が生じるようになっている。

【0034】

分留器18は、希薄相にある ^3He のみを選択的に蒸発させ得るように構成されている。この分留器18は、所定温度(例えば、0.8K以下)に保持されるようになっている。これにより、分留器18は、 ^4He の蒸気圧は0であるのに対し、 ^3He の蒸気圧は有限に保たれる現象を利用して、 ^3He のみを蒸発させるようになっている。

【0035】

^4He 系11は、 ^3He ガスを液化可能に構成されている。この ^4He 系は、排気ポンプ

10

20

30

40

50

を有する 1 K ポット 20 を備えている。この ^4He 系 11 では、1 K ポット 20 内の ^4He を排気ポンプで排気することにより、冷却能力を得るようになっている。本実施例では、コンデンサ 16 を介してデュワー 12 内から直接 4.2 K の ^4He 液を取り込むことにより、連続的な運転が可能に構成され、コンデンサ 16 において ^3He ガスを液化するようになっている。

【0036】

なお、図 1 では、シリコン試料 6 をセッティングした試料ホルダー部 2 が、混合器 17 内では ^3He 濃厚相と ^3He 希薄相とに相分離する構成を示している。本実施例では冷却した混合器 17 を形成する部材を熱伝導率の高い材質で構成し、混合器 17 を形成する部材からの熱伝導を利用してシリコン試料 6 を間接的に冷却するようにしている。このような構成とした場合には、特に冷却する温度域を高温側に広げられる点で有利である。

10

【0037】

検出同軸ライン 5 は、シリコンウェーハの表面に対し超音波パルスを発振し、発振させた超音波パルスをシリコンウェーハ表層中に伝播させた超音波パルスを受信し、シリコンウェーハ表層中を伝播した超音波パルスの音速を検出可能に構成されている。

【0038】

図 2 に示すように、シリコン試料 6 は、純銀からなる銀板 21 に貼付されて試料ホルダー部 2 に保持されている。ここで、銀板 21 は、シリコン試料 6 に接触してシリコン試料 6 を冷却して、外部磁場を印加しても温度変動の影響を受けにくくするために設けられている。また、シリコン試料を冷却するための銀線 22, 23 が設けられている。

20

【0039】

また、図 3 に示すように、シリコン試料 6 は、シリコンウェーハ 26 と、シリコンウェーハ 26 の一面に設けられた表面超音波素子 (SAW 素子) としての超音波発振部 27、超音波受信部 28 とからなる。この超音波発振部 27 と超音波受信部 28 は、シリコンウェーハ 26 の同一面に形成されており、シリコンウェーハ 26 上に形成された圧電薄膜 29, 30 と、さらにその上に形成されシリコンウェーハ表層中に電場を印加するための櫛状電極 31, 32 を備えている。そして、これら圧電薄膜 29, 30 と櫛状電極 31, 32 により、トランスデューサが構成されている。なお、本実施例において、圧電薄膜 29, 30 は厚さ $2\ \mu\text{m}$ の ZnO からなり、それぞれ接地されている。また、櫛状電極 31, 32 は、Al 又は Cu からなり、細線を複数回折り曲げて平行に配置したいわゆる櫛状に形成されている。なお、圧電薄膜 29, 30 はスパッター法などにより形成され、櫛状電極 31, 32 はフォトリソグラフィ法などにより形成することができる。櫛状電極 31, 32 の厚さは $1\ \mu\text{m}$ 以下、細線の幅 W は $2.5\ \mu\text{m}$ 、細線の間隔は幅 W と同じ $2.5\ \mu\text{m}$ となっている。なお、細線の幅 W は、超音波発振部 27 から発振される超音波パルスの波長の $\frac{1}{4}$ となる。そして、櫛状電極 31, 32 は、図示するように、相互にそれぞれの細線を平行にした状態で、かつ、相互に対向して設けられている。

30

【0040】

図 4 に実際に作成したシリコン試料 6 を示す。下方の部分拡大図において黒い部分が ZnO からなる圧電薄膜 29、白い部分がその上に形成された Al からなる櫛状電極 31 である。圧電薄膜 29 はスパッター法により形成され、櫛状電極 31 はフォトリソグラフィ法により形成されている。シリコン試料 6 は、縦寸法 $10\ \text{mm}$ 、横寸法 $40\ \text{mm}$ 、厚さ $0.776\ \text{mm}$ の短冊状となっている。

40

【0041】

つぎに、図 5 に基づいて検出同軸ライン 5 の構成と作用について説明する。検出同軸ライン 5 は、シリコン試料 6 に印加される超音波パルスの基本信号を直接測定した参照信号と、シリコン試料 6 の表層中を伝播した表面超音波パルスの測定信号との位相差を検出するように構成されている。本実施例では、検出同軸ライン 5 は、標準信号発生器 35、周波数カウンタ 36、パーソナルコンピュータ 37、ダイオードスイッチ 38、パルス発生器 39、位相移行器 40、及び、位相検出器 41 を備えている。

【0042】

50

標準信号発生器35は、基本信号を発生する。この基本信号は、参照信号系5aと測定信号系5bとに分岐される。尚、周波数カウンタ36は、基本信号を計測し、その結果をパーソナルコンピュータ37に出力する。

【0043】

参照信号系5aは、位相移行器40を介して、位相検出器41に接続されている。一方、測定信号系5bは、パルス発生器39が接続されたダイオードスイッチ38、シリコン試料6が順に配置され、位相検出器41に接続されている。ダイオードスイッチ38は、基本信号を所定の幅に分割する。

【0044】

位相検出器41は、基本信号に基づく参照信号と、シリコン試料6から出力された測定信号とを比較して、シリコンウェーハ26中の超音波パルスの音速を検出する。

10

【0045】

なお、検出同軸ライン5は、温度や磁場で音速が変化することで生じる位相差が一定になるように発振周波数を変化させ零検出を行う手段を有することがより好適である。また、多数個のシリコン試料6及び一のシリコン試料6の複数点について、同時に位相差を測定できるように構成するのが好ましい。

【0046】

[シリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法]

つぎに、本実施例のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法について説明する。

【0047】

まず、シリコンインゴットから所定の部位を切り出したシリコンウェーハ26の表面に、超音波発振部27と超音波受信部28とをそれぞれ形成したシリコン試料6に対し、外部磁場を必要に応じて印加した状態で、20K以下の温度域まで冷却する。

20

【0048】

つぎに、標準信号発生器35により、基本信号を発振する。この基本信号は、参照信号系5aと測定信号系5bとに分岐される。測定信号系5bの基本信号は、ダイオードスイッチ38によって例えば0.5μsの幅に分割される。

【0049】

ダイオードスイッチ38によって分割された基本信号によって、櫛状電極31, 32間に電場としての交流電場が印加される。この交流電場によって、圧電薄膜29が分極して弾性歪みが現れ、これにより超音波発振部27は、基本信号に基づいて超音波パルスを発生する。このようにして、基本信号は、超音波発振部27によって、機械信号、すなわち、超音波パルスに変換される。

30

【0050】

超音波パルスは、シリコンウェーハ26の表面から超音波パルスの波長 ~ 10μm以下における表層中を伝搬する。シリコンウェーハ26の表層中を伝搬する超音波パルスは、超音波受信部28において測定波パルスとして受信され、再び電気信号に変換され測定信号として出力される。

【0051】

この測定信号と参照信号とを位相検出器41において比較し、超音波パルスと測定波パルスとの位相差を計測する。この位相差を用いて、音速vを式1： $v = 2lf / \Delta\phi$ より算出する。ここで、lは表面超音波の伝搬長であり、fは超音波周波数である。こうして実測した音速は4.967km/秒である。これは、表面弾性波の理論計算が予想されるレイリー波の計算結果4.844km/秒と良く一致している。

40

【0052】

このようにして算出された音速vから、弾性定数 C_s を式2： $C_s = \rho v^2$ より算出する。ここで、 $\rho = 2.33 \text{ g/cm}^3$ はシリコンの密度である。

【0053】

上記のようにして、超音波パルスの位相差より音速vを検出する。そして、音速vから冷却温度の低下に伴う弾性定数 C_s を算出し、弾性定数 C_s の減少量からシリコンウェ

50

一八二六中に存在する原子空孔の種類と濃度を定量的に評価することができる。或いは、温度を一定として磁場強度の低下に伴う弾性定数 C を算出し、弾性定数 C_s の減少量からシリコンウェーハ二六中に存在する原子空孔の濃度を定量的に評価することができる。弾性定数の減少量と原子空孔濃度とが比例するからである。

【 0 0 5 4 】

ボロン添加 CZ ウェーハを用いてシリコン試料 6 を作成し、4 K から低温度域に冷却したときの冷却温度に対する弾性定数の変化を測定すると、例えば図 6 のようなグラフを得ることができる。ここで、超音波パルスの周波数は 5 2 3 M H z、伝搬方向は結晶方位 [0 0 1] と平行、櫛状電極 31, 32 間の距離 d は 1 5 m m、磁場強度は 0 T である。このグラフは、温度の逆수에比例して弾性定数 C_s が著しく低下、すなわち、低温ソフト化していることを表している。なお、この例では、1 . 1 6 K 付近において、櫛状電極 31, 32 を構成する A 1 の超伝導転移による弾性定数 C の観測値の変化が確認されている。

10

【 0 0 5 5 】

なお、原子空孔の周りの 1 n m 以上に大きく広がった原子空孔軌道は、巨大な電気四極子をもち、超音波歪みと極めて強く結合している。さらに、基底状態は軌道縮退している絶対零度に近づくと低温ソフト化が顕著になる。また、原子空孔軌道には 3 個の電子が収納されているので、磁性を帯びる。このような原子空孔軌道の量子状態を利用することにより、原子空孔濃度を評価することができる。

【 0 0 5 6 】

以下、理論数式に基いて、シリコン試料の表層の弾性定数 C_s の低温ソフト化量 C_s / C_s と、原子空孔濃度 N の関係について詳細に説明する。

20

【 0 0 5 7 】

本実施例においては、シリコン表面 (0 0 1) を [1 0 0] 方向に伝搬する表面超音波弾性波を例にとって説明しているが、図 1 1 に示すように縦波成分 u_x と横波成分 u_z が楕円軌道を描きながら運動する。表面超音波の弾性定数 C_s の低温ソフト化は、表面超音波が誘起する歪みと原子空孔軌道の電気四極子との相互作用によって起きる。

【 0 0 5 8 】

図 1 2 a と図 1 2 b に示した表面超音波 (S A W) が励起する変位ベクトル u_x 、 u_z に含まれる対称歪み B 、 u 、 v 、 z_x の振動は

【 0 0 5 9 】

30

【 数 1 】

$$\begin{aligned} \varepsilon_B &= A_B k U \exp[-k q_{Re} z] \cos[k(x - vt) - k q_{Im} z + \theta_B] \\ \varepsilon_u &= A_u k U \exp[-k q_{Re} z] \cos[k(x - vt) - k q_{Im} z + \theta_u] \\ \varepsilon_v &= A_v k U \exp[-k q_{Re} z] \cos[k(x - vt) - k q_{Im} z + \theta_v] \\ \varepsilon_{z_x} &= A_{z_x} k U \exp[-k q_{Re} z] \cos[k(x - vt) - k q_{Im} z + \theta_{z_x}] \end{aligned} \quad (1)$$

【 0 0 6 0 】

と書ける。ここに、表面超音波の z 軸方向への減衰と振動をあらわすパラメーターは

40

【 0 0 6 1 】

【 数 2 】

$$q = q_{Re} + i q_{Im} = 0.4311 - 0.5216i \quad (2)$$

【 0 0 6 2 】

であり、対称歪みの振幅 A と位相 θ のパラメーターは

【 0 0 6 3 】

【数 3】

$$\begin{aligned}
 A_B &= 0.346 \quad (\theta_B = 42.61^\circ) \\
 A_u &= 1.491 \quad (\theta_u = 281.37^\circ) \\
 A_v &= 1.000 \quad (\theta_v = 90.00^\circ) \\
 A_{zx} &= 1.045 \quad (\theta_{zx} = 214.41^\circ)
 \end{aligned} \tag{3}$$

【0064】

である。

【0065】

表面超音波が誘起する対称歪みと電気四極子との相互作用は

【0066】

【数 4】

$$\begin{aligned}
 H_{QS} &= -\sum_{\Gamma} g_{\Gamma} O_{\Gamma} A_{\Gamma} f(z, x, t; \theta_{\Gamma}) \delta \\
 &= -g_{\Gamma_3} O_u A_u f(z, x, t; \theta_u) \delta - g_{\Gamma_3} O_v A_v f(z, x, t; \theta_v) \delta - g_{\Gamma_5} O_{zx} A_{zx} f(z, x, t; \theta_{zx}) \delta
 \end{aligned} \tag{4}$$

【0067】

と書ける。ここに、 x 軸方向に振動しながら伝搬し、 z 軸方向に減衰する様子を表す関数を

【0068】

【数 5】

$$f_{\Gamma} (x, z, t; \theta_{\Gamma}) = \exp[-kq_{\text{Re}}z] \cos \left[k(x - vt) - kq_{\text{Im}}z + \theta_{\Gamma} \right] \tag{5}$$

【0069】

を用いてある。さらに、

【0070】

【数 6】

$$\delta = kU = 2\pi U / \lambda \tag{6}$$

【0071】

は入力する表面超音波の振幅 U に比例するパラメーターである。 k は表面超音波の波数である。

【0072】

摂動ハミルトニアン（式（4））を用いて、シリコン格子と原子空孔軌道との結合系の自由エルギーを外部摂動の2次過程まで計算する。さらに、自由エルギーの外部摂動 a についての2回微分を計算することで、弾性定数 C_s の低温ソフト化（図5）、その磁場中温度依存性（図6）、低温での磁場依存性（図7）を理論的に解析することができる。

【0073】

つぎに、

【0074】

【数 7】

$$C_s = C_s^0 - \frac{N}{(A_s f_s(z, x, t; \theta_s))^2} \left[g_{\Gamma_3}^2 \chi(O_u) (A_u f_u(z, x, t; \theta_u))^2 + g_{\Gamma_3}^2 \chi(O_v) (A_v f_v(z, x, t; \theta_v))^2 + g_{\Gamma_5}^2 \chi(O_{zx}) (A_{zx} f_{zx}(z, x, t; \theta_{zx}))^2 \right]$$

(7)

10

20

30

40

50

【 0 0 7 5 】

を用いて解析を行う。表面超音波の弾性定数 C_s の温度依存性と磁場依存性は、図15に示した四極子感受率 (O_u) 、 (O_v) 及び (O_{zx}) の温度磁場依存性を用いる。その際、別途本願発明者らが求めた四極子-歪み結合定数 (Strong Quadrupole-Strain Interaction of Vacancy Orbital in Boron-Doped Czochralski Silicon: Kazuki Okabe, Mitsuhiko Akatsu, Shotaro Baba, Keisuke Mitsumoto, Yuichi Nnemoto, Hiroshi Yamada-Kaneta, Terutaka Goto, Hiroyuki Saito, Kazuhiko Kashima, and Yoshihiko Saito, Journal of Physical Society of Japan, Vol. 82, No. 12, Article ID 124604、掲載予定日：2013年11月13日)

【 0 0 7 6 】

【 数 8 】

$$g_{\Gamma_5} = 2.80 \times 10^5 K$$

【 0 0 7 7 】

【 数 9 】

$$g_{\Gamma_3} = 1.80 \times 10^5 K$$

【 0 0 7 8 】

を用いる。

【 0 0 7 9 】

さらに、式 (1) に現れるバックグラウンド C_s^0 は

【 0 0 8 0 】

【 数 1 0 】

$$C_s^0 = C^0 - \frac{s}{\exp(t/T) - 1}$$

【 0 0 8 1 】

で記述されるようなゆるやかな温度変化を示し、

【 0 0 8 2 】

【 数 1 1 】

$$t = 7.3 K, s = 6.3 \times 10^6 J/m^3, C^0 = 5.75 \times 10^{10} J/m^3$$

【 0 0 8 3 】

となる。

【 0 0 8 4 】

図9と図10は、式(7)を用いた理論計算の結果であり、図7と図8の実験結果を再現している。こうして、実施例で用いたシリコンウェーハの表層(侵入長 $\rho = 3 \mu m$ の程度)に存在する原子空孔濃度 N は、低温ソフト化の大きさ $C_s / C_s = 1.9 \times 10^{-4}$ に比例し、 $N = 3.1 \times 10^{12} cm^{-3}$ と評価できた。これは、表面超音波の弾性定数 C_s のソフト化が $C_s / C_s = 10^{-4}$ を単位として、原子空孔濃度 $N = (1.6 \pm 0.2) \times 10^{12} cm^{-3}$ に相当することを示している。ここでは、結合定数に含まれる誤差を考慮している。これにより、表層の原子空孔濃度を決定する方法が確立された。

【 0 0 8 5 】

なお、表面超音波の低温ソフト化は外部から印加する磁場によって消失するが、磁場の印加方向によって消失する振る舞いが異なる。磁場を表面超音波の進行方向に平行に印加する場合、磁場を表面超音波の進行方向に垂直でウェーハ表面に平行に印加する場合、磁場をウェーハ表面に垂直に印加する場合について異なる振る舞いをする。表面超音波の低温ソフト化の印加磁場依存性により表層の原子空孔濃度を評価できる。

【 0 0 8 6 】

10

20

30

40

50

図7にボロン添加CZウェーハ表層中の弾性定数の磁場依存性、図8にボロン添加CZウェーハ表層中の弾性定数の磁場中温度依存性を示す。ここで、超音波パルスの周波数は523MHz、伝搬方向は結晶方位[001]と平行、磁場の印加方向は結晶方位[001]と平行、櫛状電極31,32間の距離dは7.5mmであり、図8は温度をそれぞれ4K、1.5K、700mK、300mK、23mKに一定にした場合、図7は磁場強度をそれぞれ0T、0.4T、1T、2Tに一定にした場合を示している。この低温ソフト化の磁場依存性の観測により、磁場による低温ソフト化の回復量と一定磁場中の低温ソフト化量が一致することが確認されている。

【0087】

以上のように、本実施例のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法は、シリコン試料6の同一面に圧電薄膜である圧電薄膜29,30を介して櫛状の櫛状電極31,32を形成して対向した一对の表面超音波素子を形成する素子形成工程と、前記シリコン試料6を冷却して外部磁場を印加しながら前記表面超音波素子の一方31から超音波パルスを発振するとともに前記シリコン試料6の表面を伝播した超音波パルスを前記表面超音波素子の他方32により受信し、前記表面超音波素子の一方31から発振された超音波パルスと前記櫛状電極の他方32により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出工程と、前記位相差に基づき前記シリコン試料6の表層の弾性定数を求め、温度に対する弾性定数の変化又は磁場強度に対する弾性定数の変化に基づいて前記シリコン試料6の表層中の原子空孔を評価する評価工程とを備えたものである。

【0088】

また、上記において、好ましくは、前記検出工程は、20mK~20Kの温度で行われる。

【0089】

また、上記において、好ましくは、前記圧電薄膜29,30はZnOからなり、前記櫛状電極31,32はAl又はCuからなる。

【0090】

また、上記において、好ましくは、前記シリコン試料6は銀板21上に貼付されている。

【0091】

また、本実施例のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価装置1は、超音波発振部27と超音波受信部28とを形成したシリコン試料6と、前記シリコン試料6に対し外部磁場を印加する磁力発生手段4と、前記シリコン試料6を冷却する冷却手段3と、前記超音波発振部27から発振された超音波パルスと、前記シリコン試料6を伝播して前記超音波受信部28により受信された超音波パルスとの位相差を検出する検出同軸ライン5とを備え、前記超音波発振部27と前記超音波受信部28は、前記シリコン試料6の表面に形成された圧電薄膜29,30上に形成された櫛状の櫛状電極31,32であって、前記シリコン試料6の同一面に形成されたものである。

【0092】

本実施例のシリコンウェーハ表層中の原子空孔評価方法及び装置によれば、シリコンウェーハの表層中を伝播する高周波の超音波を測定することにより、シリコンウェーハ内部の原子空孔濃度とは区分して、10μmより薄いシリコンウェーハ表層中の原子空孔濃度を計測することができる。

【0093】

そして、本発明によれば、性能評価のためのテストウェーハを作り測定する半導体開発作業に大きな技術的進歩が望める。半導体産業で用いられているニュートラルウェーハ、アニールウェーハ、エピタキシャルウェーハでは、従来からボロン添加濃度を示す抵抗率、酸素濃度、ポイドを意味するCOP濃度などを表示して販売されていたが、さらに、超音波で計測した原子空孔濃度の数量を表示したシリコンウェーハの半導体産業での実用化が可能となる。シリコンウェーハ中の原子空孔は、半導体製造プロセスにおける酸化物の微少欠陥(BMD)析出を支配する要因になっている。このため、ウェーハに原子空孔濃度を表示することが実用化されると、ますます微細化が進行するメモリー、演算素子(C

10

20

30

40

50

PU)、イメージセンサーなどの最先端デバイスの製造の歩留まりが飛躍的に向上する。クリーンエネルギーの制御で今注目を集めているパワー半導体の高性能化などに大きく寄与できる。

【0094】

なお、本実施例では、シリコン試料6は銀板21上に貼付されたが、銀フィルム上に貼付されてもよい。

【0095】

このほか、本発明は上記実施例に限らず、種々の変形実施が可能である。例えば、検出工程は、0～10Tの範囲内の任意の磁場強度で行うことができる。また、圧電薄膜29, 30は、酸化亜鉛(ZnO)のほか、窒化アルミニウム(AlN)又はポリフッ化ビニリデン(PVDF)から構成してもよい。

10

【0096】

また、表面超音波素子の共鳴周波数を0.5～10GHzの範囲として、シリコン表層の3.5～0.18mmに存在する原子空孔濃度を選択的に評価するようにしてもよい。また、超音波発振部と超音波受信部は、パルス幅が0.1～1μ秒である超音波パルスを用いるように構成されてもよい。

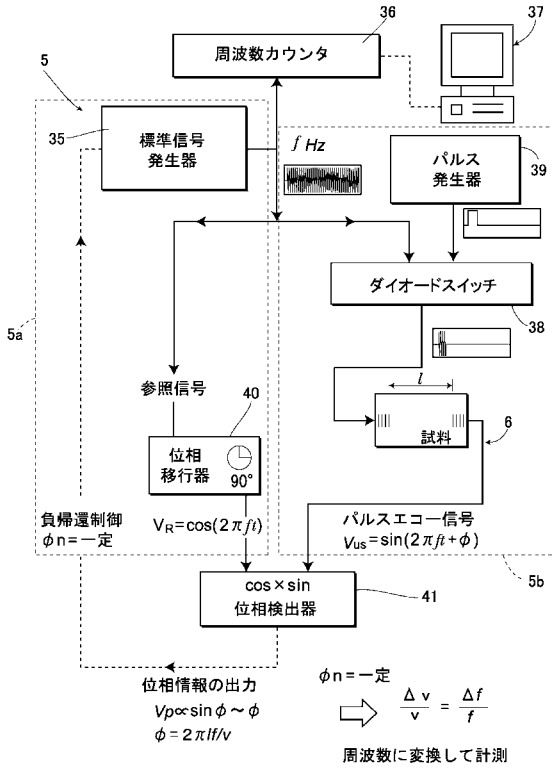
【符号の説明】

【0097】

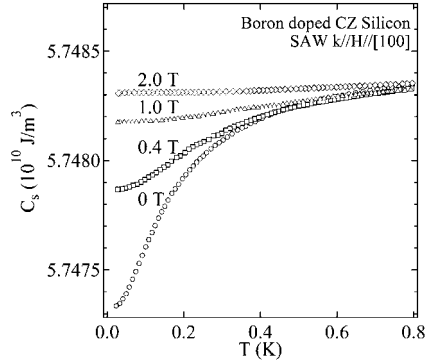
- 1 原子空孔評価装置
- 3 希釈冷凍機(冷却手段)
- 4 磁力発生手段
- 5 検出同軸ライン(検出手段)
- 6 シリコン試料
- 21 銀板
- 27 超音波発振部
- 28 超音波受信部
- 29, 30 圧電薄膜
- 31, 32 櫛状電極

20

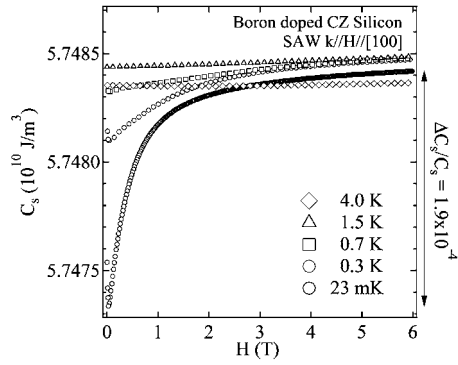
【 図 5 】



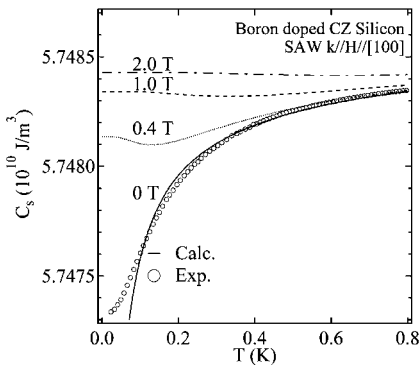
【 図 7 】



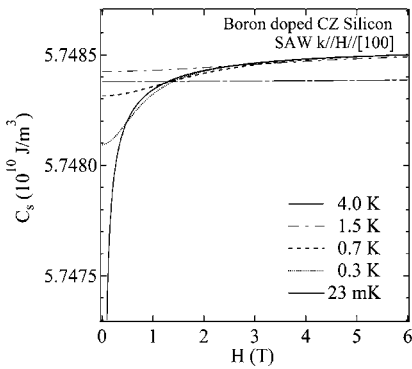
【 図 8 】



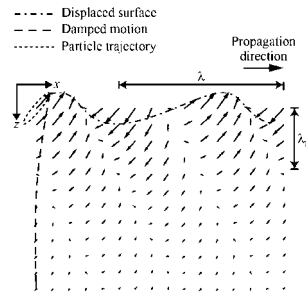
【 図 9 】



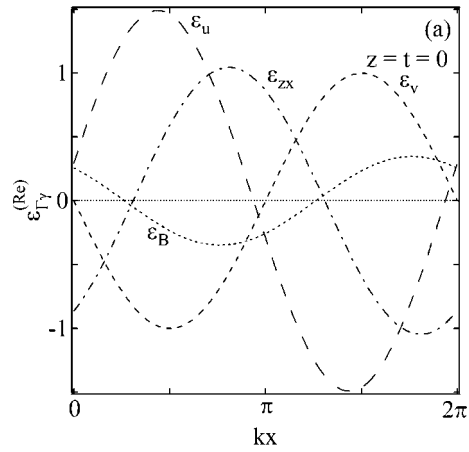
【 図 10 】



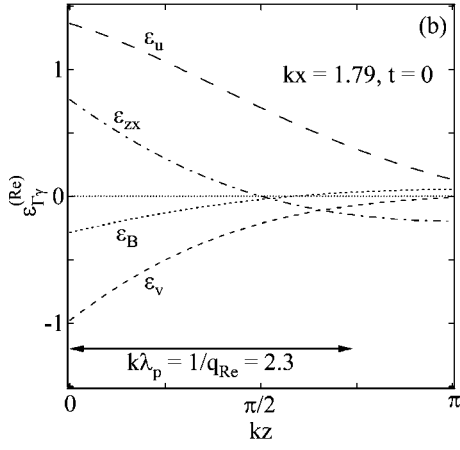
【 図 11 】



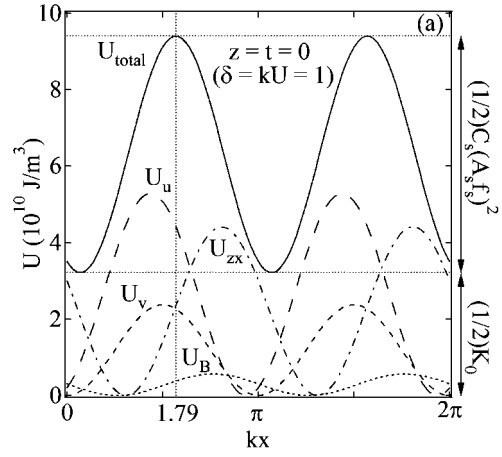
【 図 12 a 】



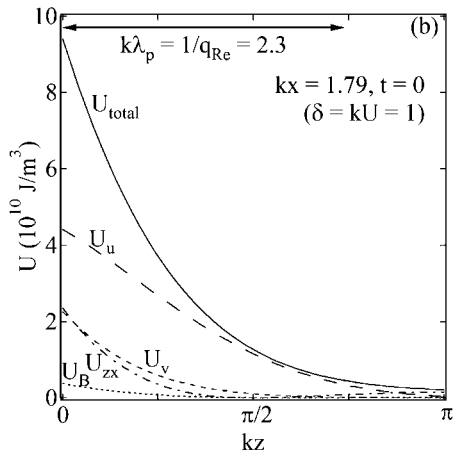
【 図 1 2 b 】



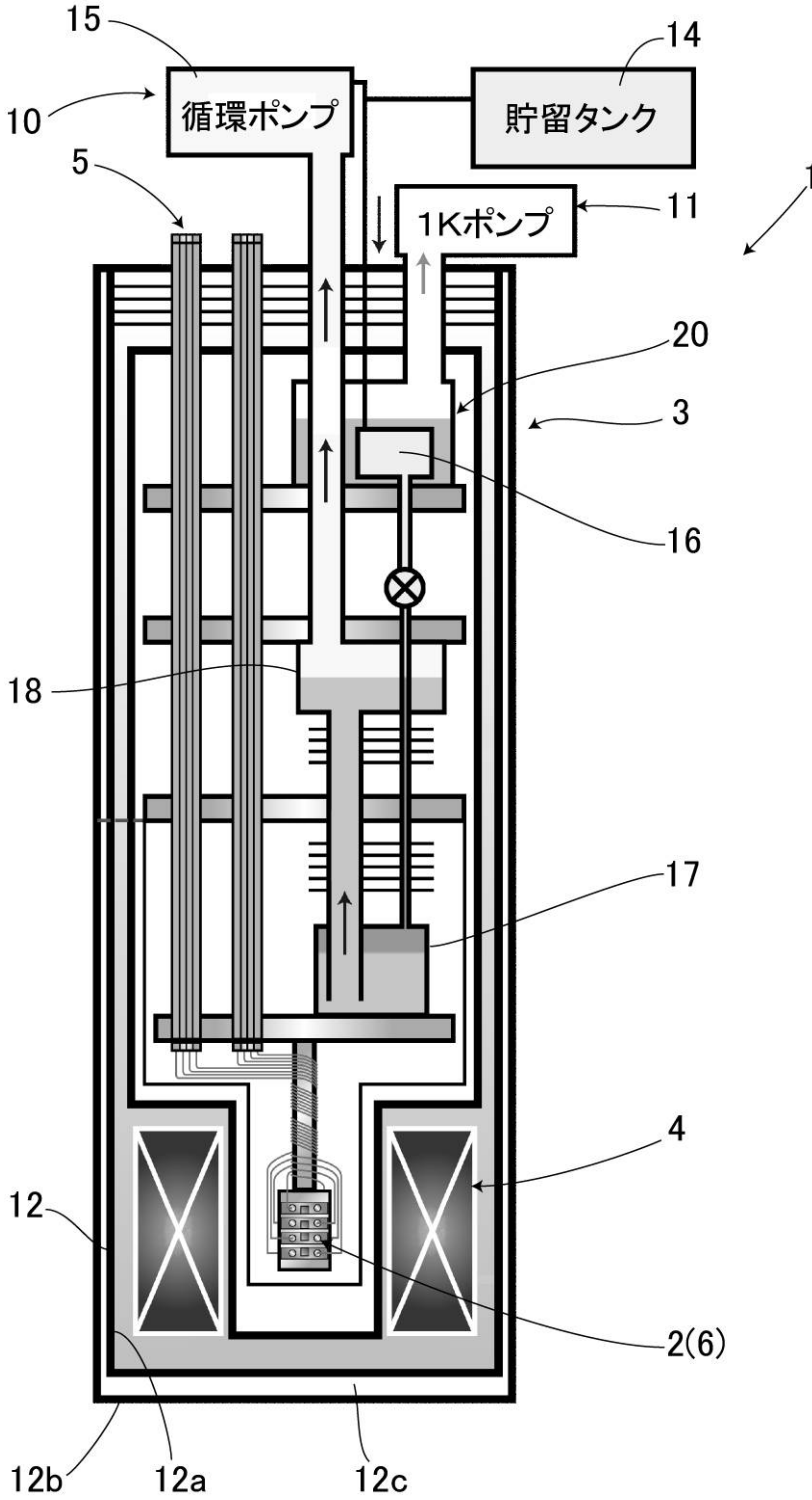
【 図 1 3 a 】



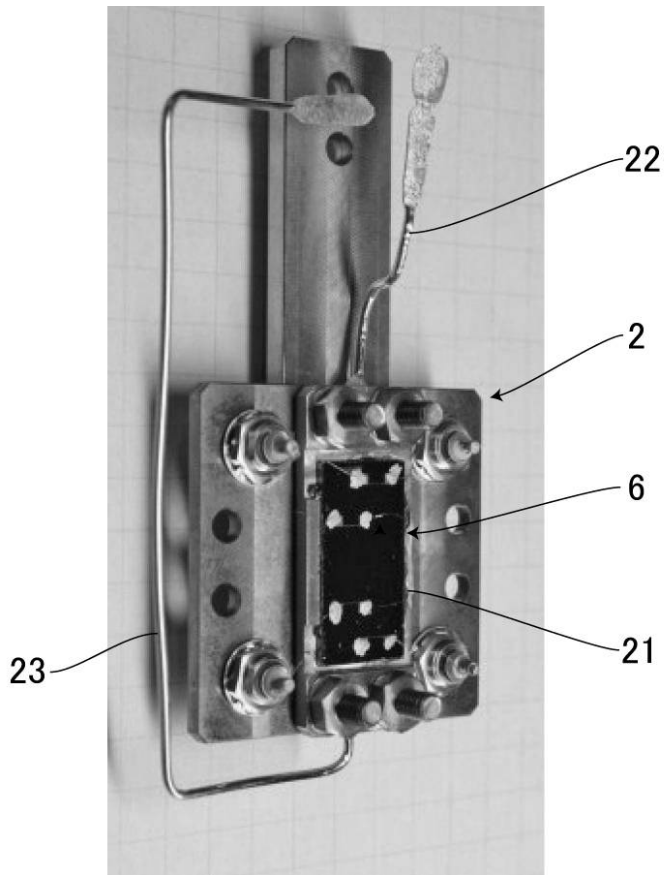
【 図 1 3 b 】



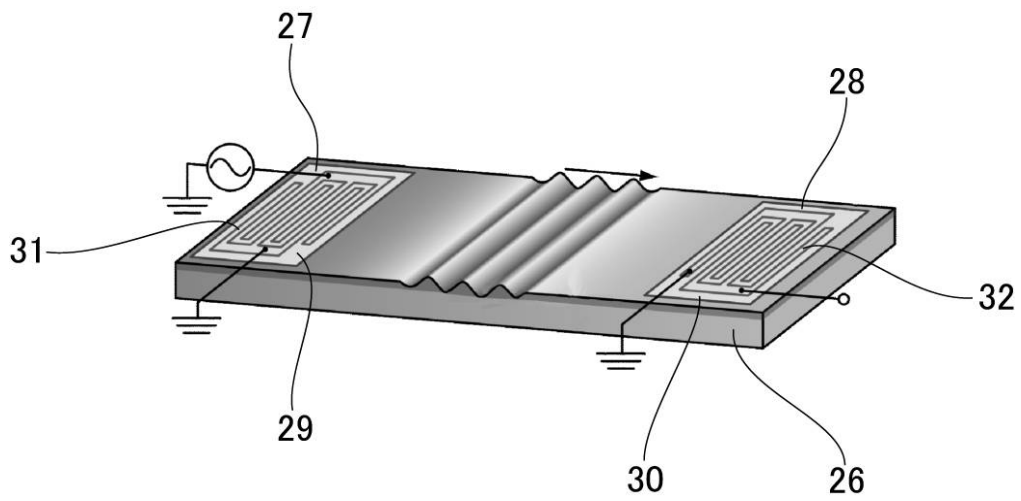
【図1】



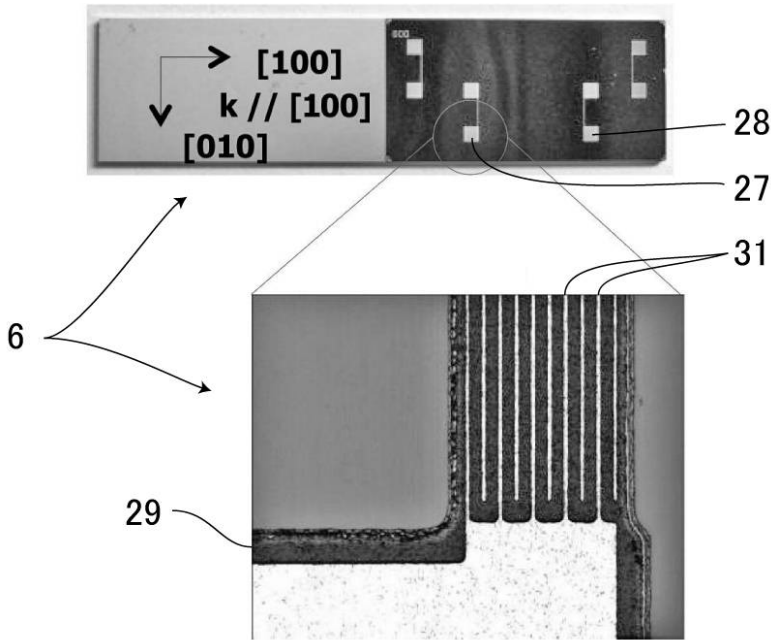
【 図 2 】



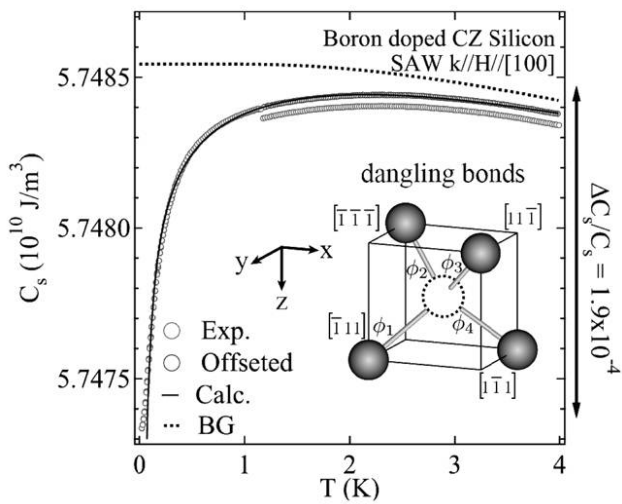
【 図 3 】



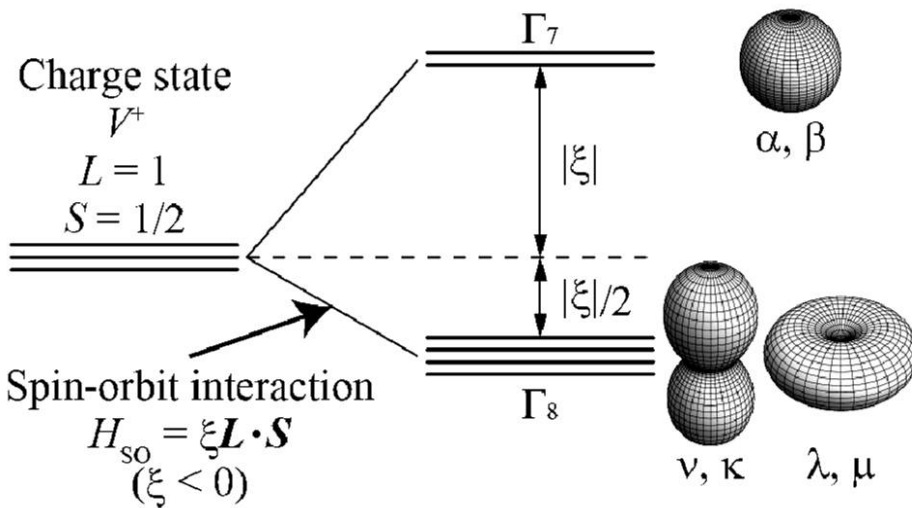
【 図 4 】



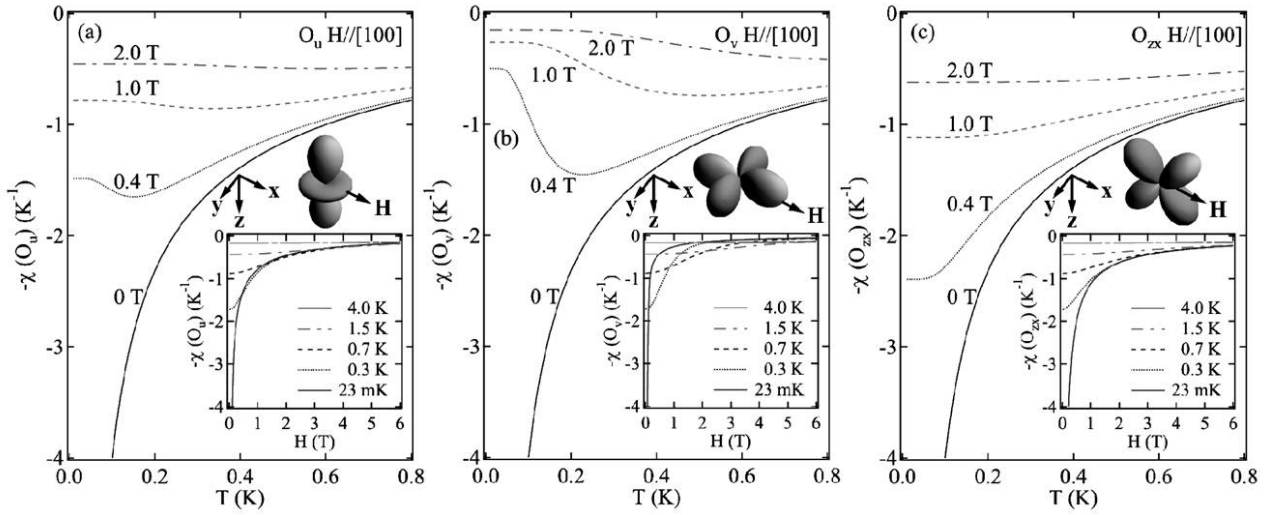
【 図 6 】



【 図 1 4 】



【 図 1 5 】



【 図 1 6 】

Irrep Γ	Γ_1	Γ_3	Γ_5			
Electric Multipole O_{Γ}	 H_0	 $O_u = \frac{2L_z^2 - L_x^2 - L_y^2}{\sqrt{3}}$	 $O_v = L_x^2 - L_y^2$	 $O_{yz} = L_y L_z + L_z L_y$	 $O_{zx} = L_z L_x + L_x L_z$	 $O_{xy} = L_x L_y + L_y L_x$
Elastic Strain ε_{Γ}	 $\varepsilon_B = \varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}$	 $\varepsilon_u = \frac{2\varepsilon_{zz} - \varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}}{\sqrt{3}}$	 $\varepsilon_v = \varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}$	 ε_{yz}	 ε_{zx}	 ε_{xy}
Elastic Constant C_{Γ}	$C_B = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3}$	$C_T = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$	C_{44}			

フロントページの続き

- (72)発明者 根本 祐一
新潟県新潟市西区五十嵐二の町 8 0 5 0 番地 国立大学法人新潟大学 大学院自然科学研究科内
- (72)発明者 金田 寛
新潟県新潟市西区五十嵐二の町 8 0 5 0 番地 国立大学法人新潟大学 大学院自然科学研究科内
- (72)発明者 赤津 光洋
新潟県新潟市西区五十嵐二の町 8 0 5 0 番地 国立大学法人新潟大学 大学院自然科学研究科内
- (72)発明者 三本 啓輔
新潟県新潟市西区五十嵐二の町 8 0 5 0 番地 国立大学法人新潟大学 大学院自然科学研究科内
- Fターム(参考) 2G047 AA09 AB04 AC10 AD01 BA01 BC02 BC08 BC14 CA01 CB03
GB17 GG29
4M106 AA01 AA02 BA20 CB19 DH20 DH45 DJ02