

(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2005-121379

(P2005-121379A)

(43) 公開日 平成17年5月12日(2005.5.12)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 21/35	GO 1 N 21/35	2 G O 5 9
HO 1 L 21/66	HO 1 L 21/66	4 M 1 O 6

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2003-353475 (P2003-353475)	(71) 出願人	000005223 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号
(22) 出願日	平成15年10月14日(2003.10.14)	(74) 代理人	100070150 弁理士 伊東 忠彦
		(72) 発明者	棚橋 克人 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内
		(72) 発明者	金田 寛 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内
		Fターム(参考)	2G059 AA01 BB16 CC03 EE01 EE11 EE12 GG10 HH01 HH06 KK01 MM05 4M106 AA01 BA08 CB01 DJ19

(54) 【発明の名称】 シリコン結晶中の窒素濃度定量化方法、シリコン結晶の評価方法、および半導体装置の製造方法

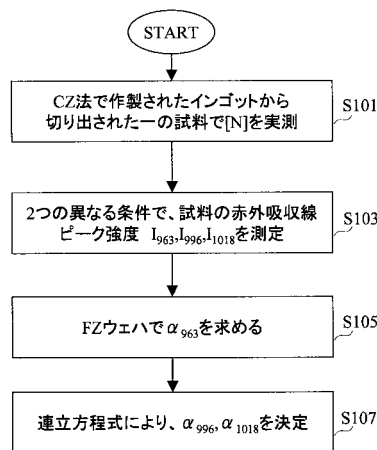
(57) 【要約】

【課題】 CZ法で作製されたシリコン結晶の窒素濃度を迅速かつ簡単に定量化する。

【解決手段】 CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数 1～3を求める。前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハについて、第1～第3の赤外吸収線ピーク強度  $I_1 \sim I_3$  を測定する。測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、あらかじめ求めた第1～第3の換算係数を用いて、任意のウエハの全体の窒素濃度を算出する。

【選択図】 図2

シリコン結晶内の窒素濃度換算係数の決定方法



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハについて、前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記第1～第3の換算係数を用いて、前記任意のウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと  
を含むシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

10

## 【請求項 2】

前記任意のウエハにおける赤外吸収線ピーク測定ステップは、熱処理を行うことなく室温で行われることを特徴とする請求項1に記載のシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

## 【請求項 3】

前記第1～第3の換算係数を求めるステップは、

前記試料の全体の窒素濃度[N]を実測し、

2つの異なる条件で、前記試料の第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を測定して、2組の第1～第3のピーク強度を獲得し、

FZ法で作製されたシリコンウエハで、前記第1の赤外吸収線ピーク強度を前記第1の不純物窒素成分の濃度に換算する第1の換算係数 $\alpha_1$ を求め、

前記試料の窒素濃度[N]、第1の換算係数 $\alpha_1$ 、および2組の第1～第3のピーク強度に基づいて、前記第2および第3の換算係数 $\alpha_2$ および $\alpha_3$ を決定することを特徴とする請求項1に記載のシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

20

## 【請求項 4】

CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハで、熱処理を施すことなく前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記あらかじめ求めた第1～第3の換算係数を用いて、前記任意のウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと、

前記算出された窒素濃度を、所定のしきい値と比較し、当該しきい値よりも小さい場合に、前記任意のウエハを合格判断するステップと  
を含むシリコン結晶の評価方法。

30

## 【請求項 5】

CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された複数のウエハからなる任意のロットの評価用ウエハで、前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記あらかじめ求めた第1～第3の換算係数を用いて、前記評価用ウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと、

前記算出された窒素濃度を、所定のしきい値と比較して、当該所定のしきい値よりも小さい場合に、前記ロットで前記複数のウエハの各々に半導体素子を形成するプロセスに進むステップと

を含む半導体装置の製造方法。

40

## 【発明の詳細な説明】

50

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、シリコン結晶中の窒素濃度の定量化に関し、特に、簡単な手法で任意のシリコン結晶中の窒素濃度を定量化する方法と、このような定量化方法を利用したシリコン結晶の評価方法および半導体装置の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

シリコンデバイスが0.35  $\mu\text{m}$ ルール世代に、ウエハ表層の欠陥による不良が顕在化した。この欠陥の実体は、シリコン結晶成長中に原子空孔が凝集したポイド欠陥であることが判明している。ポイド欠陥は八面体構造をしており、サイズは一辺が約0.1  $\mu\text{m}$  である。ウエハ表層にポイド欠陥が存在する限り、0.35  $\mu\text{m}$ 以降の微細化が達成できないという問題に直面し、表層ポイド欠陥フリーウエハが開発された。

10

## 【0003】

そのひとつがアニールドウエハである。アニールドウエハとは、CZウエハ(チョクラルスキ法で引き上げられたシリコンインゴットから切り出されたウエハ)を1100~1200 で1~4時間アニールして、表層のポイド欠陥を消滅させたものである。

## 【0004】

アニールドウエハを作製する前提として、CZ法による結晶成長中に、不純物窒素をドーピングして欠陥制御が行われる。窒素ドーピングにより、CZシリコン結晶成長中に発生するポイド欠陥のサイズが小さくなる。このようにポイド欠陥のサイズをあらかじめ低減したうえで高温アニール処理を行うと、ポイド欠陥が消滅しやすくなる。

20

## 【0005】

さらに、窒素ドーピングは、結晶成長中およびその後のアニール中に、酸素析出を促進するという効果がある。酸素析出物は、重金属汚染原子のゲッタリング源となる。このように、窒素ドーピングはウエハの表面完全性(デバイス活性領域中にポイド欠陥が存在しないこと)を向上させるだけでなく、ゲッタリング効果を付加するという優れた働きを有する。

## 【0006】

ただし、窒素濃度が高くなると、表層まで酸素析出が生じ、逆に表層部の酸素析出物によるデバイス動作不良が懸念される。そのため、最適な窒素濃度を有するアニールドウエハを用いる必要がある。しかし、CZ法でシリコン(Si)と窒素(N)を含む融液から結晶を引き上げる場合、融液中にドーブする窒素量を制御しても、実際に作製された結晶の窒素濃度は、一般に設計値から大きくずれる。また、CZ法では、冷却速度等の結晶化の条件によって吸光度が大きくばらつくので、試料によってピークプロファイルがばらつく。そこで、アニールドウエハの正確な窒素定量法が不可欠となる。

30

## 【0007】

CZシリコン中の窒素は、二次イオン質量分析法(SIMS)を用いて定量することが可能である。しかし、SIMS法は測定に多大な時間を要し、測定装置の普及率も低いことから、簡便で正確な標準手法の開発が望まれていた。このような要求の中で、酸素や炭素の測定ですでに標準化されているフーリエ変換型赤外線吸収法(FT-IR法)を、窒素濃度の測定に適用する試みが提案されている。

40

## 【0008】

フーリエ変換型赤外線吸収方法(FT-IR法)は、不純物によるピーク強度が濃度に比例することを利用して、ピーク強度の測定結果から不純物濃度を定量化する方法である。たとえば、酸素濃度の定量には、室温で波数1106  $\text{cm}^{-1}$ にピークを持つ吸収が利用される。吸収のピーク強度と、SIMSや放射化分析で測定された酸素量の絶対値との間には比例関係がある。この比例関係を表わす係数を換算係数と呼ぶ。赤外吸収スペクトルから測定された1106  $\text{cm}^{-1}$ ピーク強度に換算係数を乗算すると、酸素濃度が得られる。

## 【0009】

50

ところが、CZ法で作製されたシリコンウエハ中の窒素の定量に、FTIR法をそのまま利用することはできない。CZ結晶中の不純物窒素は、図1に示すように複数の異なる組成を有し、それぞれの組成に応じた複数のピークを有するからである。

#### 【0010】

図1は、窒素を添加したCZシリコン結晶の赤外吸収差スペクトルの一例を示すグラフである。図中、波数がそれぞれ $963\text{ cm}^{-1}$ 、 $996\text{ cm}^{-1}$ 、 $1018\text{ cm}^{-1}$ 、 $1026\text{ cm}^{-1}$ において、A～Dの吸収ピークを有している。ピークAは、NNペア、ピークBはNNO複合体、ピークCは $\text{NNO}_2$ 複合体に帰属するものである。ピークDは、ピークBと同じNNOに起因するが、Bとは異なる局所(振動)モードによって生じる吸収ピークである。NNペア、NNO複合体、 $\text{NNO}_2$ 複合体に含まれる窒素濃度を足し合わせると、SIMS法で測定される全体の窒素濃度となる。

10

#### 【0011】

SIMS法による測定から全体の窒素濃度は分かっても、NNペア、NNO複合体、 $\text{NNO}_2$ 複合体のそれぞれの濃度が分からないため、ピーク強度と濃度との関係は不明である。すなわち、赤外吸収差スペクトルからピーク強度は測定できても、換算係数がわからないので、CZウエハ中の窒素を定量することができない。

#### 【0012】

これを解決するために、窒素添加CZシリコン結晶に加熱処理を施して、結晶内欠陥反応を準熱平衡状態に到達させ、結晶内欠陥反応がそれ以上進行しない状態、すなわち、それぞれのピークでのNNペア、NNO複合体、 $\text{NNO}_2$ 複合体の濃度がそれ以上変化しない状態にしたうえで、全体の窒素濃度を求める方法が提案されている(たとえば、特許文献1参照)。

20

#### 【0013】

熱平衡論によれば、準熱平衡状態においては、NNペア、NNO複合体、 $\text{NNO}_2$ 複合体の濃度は、全体の窒素濃度に比例する。換言すると、図1のA、B、Cのピーク強度は、全体の窒素濃度に比例する。したがって、準熱平衡状態におけるA、B、Cのいずれかのピーク強度と、SIMS法で測定した全体の窒素濃度との相関関係をあらかじめ求めておくことによって、ピークAの強度とNNペアの濃度、ピークBの強度とNNO複合体の濃度、ピークCの強度と $\text{NNO}_2$ 複合体の関係を示す個別の換算係数が不明であっても、いずれかのピーク強度を観察するだけで、全体の窒素濃度を求めることができる。

30

【特許文献1】特開2003-152043号公報

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0014】

しかし、上述した方法では、ピーク強度を測定するために、試料(あるいはパイロットウエハ)ごとに内部の欠陥反応関係を準熱平衡状態にする必要があり、その都度、試料を加熱しなければならない。この制約があるために、試料を加熱するための熱処理炉を保有していない機関では、上記方法を採用することはできない。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0015】

そこで本発明は、測定のたびに準熱平衡状態にするための加熱処理を行わなくても、簡単にシリコン結晶中の窒素濃度を定量化することのできる方法を提供することを目的とする。

40

#### 【0016】

また、このような窒素濃度定量化方法を利用したシリコン結晶の評価方法と、半導体装置製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0017】

上記目的を達成するために、本発明の第1の側面では、シリコン結晶の窒素濃度定量化方法は、

(a) CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に

50

含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

(b) 前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハについて、前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

(c) 前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記求めた第1～第3の換算係数を用いて、前記任意のウエハの全体の窒素濃度を算出するステップとを含む。

#### 【0018】

任意のウエハにおける赤外吸収線ピーク測定ステップは、熱処理を行うことなく室温で行われる。

#### 【0019】

本発明の第2の側面では、シリコン結晶の評価方法は、

(a) CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

(b) 前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハで、熱処理を施すことなく前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

(c) 前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記あらかじめ求めた第1～第3の換算係数を用いて、前記任意のウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと、

(d) 算出された窒素濃度を、所定のしきい値と比較し、当該しきい値よりも小さい場合に、前記任意のウエハを合格判断するステップとを含む。

#### 【0020】

本発明の第3の側面では、半導体装置の製造方法は、

(a) CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

(b) 前記シリコンインゴットから切り出された複数のウエハからなる任意のロットの評価用ウエハで、前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

(c) 前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記あらかじめ求めた第1～第3の換算係数を用いて、前記評価用ウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと、

(d) 前記算出された窒素濃度を、所定のしきい値と比較して、当該所定のしきい値よりも小さい場合に、前記ロットで前記複数のウエハの各々に半導体素子を形成するプロセスに進むステップと

を含む。

#### 【発明の効果】

#### 【0021】

上述したシリコン結晶の窒素濃度定量化方法によれば、異なる複数種類の不純物窒素成分を含むシリコン結晶の窒素濃度を、迅速に定量化することができる。

#### 【0022】

また、測定対象のウエハを毎回加熱処理する必要がなく、あらかじめ求めておいた換算係数と、測定対象のウエハで測定した赤外吸収線のピーク強度のみを用いて、簡単な計算で定量化することができる。

#### 【0023】

このような手法を利用することによって、シリコン結晶を迅速かつ正確に評価することが可能になる。

#### 【0024】

10

20

30

40

50

この結果、半導体製造ラインで、ロットを無駄にすることなく効率よく半導体素子形成プロセスに進むことができるので、生産性を向上することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0025】

以下で、図面を参照して本発明の実施形態を説明する。

【0026】

図2は、本発明の一実施形態に係るシリコン結晶内の窒素濃度換算係数の決定方法を示すフローチャートである。図2のフローを説明する前に、シリコン結晶内の窒素濃度と赤外吸収線ピークについての前提関係を説明する。

【0027】

任意の温度において、CZシリコン結晶中に含まれる全体の窒素濃度を $[N]$ とし、 $NN$ ペア、 $NNO$ 複合体、 $NNO_2$ 複合体の濃度をそれぞれ $[NN]$ 、 $[NNO]$ 、 $[NNO_2]$ とすると、式(1)の関係が得られる。

【0028】

(数1)

$$[N] = [NN] + [NNO] + [NNO_2] \quad (1)$$

図1におけるピークA、B、Cを、対応する濃度 $[NN]$ 、 $[NNO]$ 、 $[NNO_2]$ に換算する換算係数(未知数)を、それぞれ $_{963}$ 、 $_{996}$ 、 $_{1018}$ とする。同じくピークA、B、Cの吸収強度(ピーク強度)を $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$ とする。ピークDについては、ピークBを生じさせる $NNO$ 複合体と同じ不純物窒素から、異なる振動モードで生じる吸収なので、ここではピークBについてのみ考慮する。

【0029】

上述したように、各不純物の濃度は、ピーク強度と換算係数との積で表わされる。したがって、式(1)は、換算係数とピーク強度 $I$ を用いて、式(2)のように書き改めることができる。

【0030】

(数2)

$$[N] = _{963} \times I_{963} + _{996} \times I_{996} + _{1018} \times I_{1018} \quad (2)$$

このうち、ピーク強度 $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$ は、赤外吸収差スペクトルから測定することができる。

【0031】

これらを前提として、ステップS101で、未知数を決定するために、CZ法で作製された窒素添加CZシリコンインゴットから切り出された複数のシリコンウエハの中から、一のウエハを試料として準備し、試料全体の窒素濃度 $[N]$ をあらかじめ求めておく。 $[N]$ を求める方法としては、先に述べたSIMS法の他に、放射化分析を用いることができる。

【0032】

次に、ステップS103で、2つの異なる条件で試料の吸収スペクトルを測定して、ピーク強度 $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$ のセットを2通り求める。2つの条件として、たとえば同じインゴットから切り出された2枚のウエハを用いて、それぞれで赤外吸収線ピーク強度を測定する。

【0033】

次に、ステップS105で、フローティングゾーン(FZ)法で作製されたFZウエハで第1の換算係数 $_{963}$ を求める。3つの未知の換算係数のうち、 $NN$ ペアの換算係数 $_{963}$ については、FZ法により結晶成長させたシリコン結晶を用いた実験から求めることができるからである。

【0034】

FZ法はCZ法と異なり、結晶成長中に酸素の混入がほとんどない。したがって、結晶全体の不純物窒素のほとんどすべてを $NN$ ペアとみなすことができる。FZウエハの赤外吸収線スペクトルに現われる $NN$ ペアの吸収ピークと、SIMS法などで測定したFZウ

10

20

30

40

50

エ八全体の窒素濃度とから、 $\rho_{963}$  を特定することができる。実験から求められた  $\rho_{963}$  の値は、 $\rho_{963} = 1.83 \times 10^{17}$  である。この第1の換算係数  $\rho_{963}$  は、結晶化の方法とは無関係に一律に決まる値なので、この値をCZ法で成長したシリコンウエ八にも用いることができる。

#### 【0035】

この段階で、式(2)のパラメータのうち、全体の窒素濃度[N]と、第1～第3のピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  と、第1の換算係数  $\rho_{963}$  が分かっている。したがって、未知数は第2の換算係数  $\rho_{996}$  と第3の換算係数  $\rho_{1018}$  だけになる。第1～第3のピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  について2通りの値を測定しているので、式(2)について連立方程式が成立する。

10

#### 【0036】

ステップS107で、連立方程式を解いて、NNO複合体のための第2の換算係数  $\rho_{996}$  と、NNO<sub>2</sub>複合体のための第3の換算係数  $\rho_{1018}$  を決定する。

#### 【0037】

こうして決定した  $\rho_{996}$ 、 $\rho_{1018}$  と、先にFZ法による結晶から求めた  $\rho_{963}$  とから、すべての換算係数が整う。

#### 【0038】

求めた換算係数  $\rho_{963}$ 、 $\rho_{996}$ 、 $\rho_{1018}$  は、同じインゴットから切り出された任意のウエ八の定量化に用いられる。また、式(2)は温度に依存せずに成立する関係式である。したがって、測定対象となる任意のウエ八で、任意の温度で赤外吸収線ピーク強度を測定するだけで、換算係数を用いた単純計算により、各ウエ八の窒素濃度を定量化することができる。換言すると、各ウエ八を準熱平衡状態まで加熱処理することなく、室温で赤外吸収差スペクトルを測定してピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  を求めるだけで、式(2)に基づいて、全体の窒素濃度[N]を容易に求めることができる。

20

#### 【0039】

図3は、図2の方法で決定した換算係数  $\rho_{963}$ 、 $\rho_{996}$ 、 $\rho_{1018}$  を用いたシリコン結晶の評価方法を示すフローチャートである。

#### 【0040】

まず、ステップS201で、換算係数の決定で用いた試料と同じCZインゴットから切り出された複数のウエ八から成るロットAについて、パイロットウエ八で所定の波数における第1～第3のピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  を測定する。実施形態において、評価対象となるCZウエ八は、たとえば表面改質のためのアニール処理を施したアニールドウエ八である。

30

#### 【0041】

次に、ステップS203で、ステップS201で測定されたピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  と、あらかじめ決定された第1～第3の換算係数  $\rho_{963}$ 、 $\rho_{996}$ 、 $\rho_{1018}$  を用いて、式(2)からパイロットウエ八全体の窒素濃度[N]を算出する。

#### 【0042】

次に、ステップS205で、パイロットウエ八の窒素濃度[N]が、所定のしきい値[N<sub>th</sub>]未満([N] < [N<sub>th</sub>])かどうかを決定する。しきい値[N<sub>th</sub>]はウエ八表層で酸素析出が生じ始める窒素濃度であり、たとえば  $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$  に設定される。窒素濃度[N]がしきい値未満である場合は(S205でYES)、CZウエ八表層部において酸素析出を生じることなくポイド欠陥サイズが低減され、表層よりも深部でゲッターリングスポットが確保されていると考えられる。このような場合は、パイロットウエ八を合格判定する。そして、ステップS207に進んで、ロットAについて処理を進める。ロットAの処理は、たとえば、表面活性領域への半導体素子の形成、あるいは半導体素子を含む集積回路の形成である。

40

#### 【0043】

パイロットウエ八の窒素濃度[N]がしきい値[N<sub>th</sub>]以上である場合は(S203でNO)、ステップS209へ進み、算出された窒素濃度[N]としきい値[N<sub>th</sub>]との差

50

が、所定値 の範囲内 ( [ N ] - [ N<sub>th</sub>] ) にあるかを判断する。差が所定値 を超える場合は ( S 2 0 9 で N O )、パイロットウエハを不合格とし、ステップ S 2 1 5 でロット A の処理を中止する。

## 【 0 0 4 4 】

窒素濃度としきい値との差が、所定値 以下の場合は ( S 2 0 9 で Y E S )、ステップ S 2 1 1 に進み、ロット A の別のウエハを抜き取って、このウエハについて、再度窒素濃度 [ N ] を算出する。窒素濃度の算出については、ステップ S 2 0 1、S 2 0 3 と同様に、赤外吸収差スペクトルからピーク強度を求め、あらかじめ決定された換算係数を用いて、式 ( 2 ) から容易に求めることができる。

## 【 0 0 4 5 】

ステップ S 2 1 3 で、新たに抜き取ったウエハの窒素濃度 [ N ] が、しきい値 [ N<sub>th</sub>] よりも小さいかどうかを判断し、しきい値よりも小さい場合は ( S 2 1 3 で Y E S )、ステップ S 2 0 7 に進んでロット A の処理を行う。窒素濃度がしきい値以上のときは ( S 2 1 3 で N O )、ステップ S 2 1 5 に進んで、ロット A の処理を中止する。

## 【 0 0 4 6 】

ステップ S 2 0 7 でロット A の処置が終了すると、同じインゴットから切り出されたウエハの別のロット B について、同じ評価処理を繰り返す。

## 【 0 0 4 7 】

この評価方法によれば、評価用のパイロットウエハごとに準熱平衡状態にするための加熱処理を行う必要がない。室温での赤外吸収線のピーク強度の測定と、簡単な計算式だけに基づいて、パイロットウエハの評価を迅速に行うことができる。パイロットウエハの窒素濃度としきい値との差が微妙な場合にも、別のウエハを抜き取って短時間で再検査することができるので、ロット全体を無駄にすることなく、生産性を向上できる。

## 【 0 0 4 8 】

次に、図 4 ~ 6 を参照して、本発明の別の実施形態に係る換算係数の決定方法を説明する。この実施形態では、図 2 のステップ S 1 0 3 における「2つの異なる条件」を、2つの異なる熱処理温度による準熱平衡状態での赤外吸収線のピーク強度の測定とする。

## 【 0 0 4 9 】

式 ( 2 ) における2つの未知数  $I_{996}$  と  $I_{1018}$  を精度良く求めるには、ピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  と全体の窒素濃度 [ N ] との関係のばらつきを抑えることが必要である。そのための方法の一つは測定試料数を増やすことである。もう一つは、準熱平衡状態を利用することである。窒素と酸素の欠陥反応が準熱平衡状態に到達したとき、赤外吸収線のピーク強度  $I_{963}$ 、 $I_{996}$ 、 $I_{1018}$  は、それぞれ全体の窒素濃度 [ N ] に比例するようになる。このとき、式 ( 3 ) の関係が成り立つ。

## 【 0 0 5 0 】

( 数 3 )

$$\begin{aligned} I_{963} &= {}_1 [ N ] \\ I_{996} &= {}_2 [ N ] \\ I_{1018} &= {}_3 [ N ] \end{aligned} \quad ( 3 )$$

ここで、 ${}_1$ 、 ${}_2$ 、 ${}_3$  は、各ピーク強度と全体の窒素濃度 [ N ] との関係を表わす比例係数である。式 ( 3 ) を式 ( 2 ) に代入すると、式 ( 4 ) が導き出せる。

## 【 0 0 5 1 】

( 数 4 )

$$\begin{aligned} [ N ] &= {}_{963} \times I_{963} + {}_{996} \times I_{996} + {}_{1018} \times I_{1018} \\ &= {}_{963} \times {}_1 [ N ] + {}_{996} \times {}_2 [ N ] + {}_{1018} \times {}_3 [ N ] \end{aligned} \quad ( 4 )$$

式 ( 4 ) の両辺から [ N ] を消去すると、式 ( 5 ) になる。

## 【 0 0 5 2 】

( 数 5 )

$$1 = {}_{963} \times {}_1 + {}_{996} \times {}_2 + {}_{1018} \times {}_3 \quad ( 5 )$$

これらを前提として、図 4 のフローチャートに示す換算計数の決定方法を説明する。ま

10

20

30

40

50

ず、ステップ S 3 0 1 において、C Z 法で作製されたインゴットからきり出された複数のウエハの中から、一のウエハを試料として準備し、全体の窒素濃度 [ N ] を、S I M S 法、放射化分析法などにより実測する。

【 0 0 5 3 】

次に、ステップ S 3 0 3 において、第 1 の熱処理温度で試料を準熱平衡状態に到達させて赤外吸収線のピーク強度を測定し、各ピーク強度と全体の窒素濃度 [ N ] との関係を表わす比例係数  $\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ 、 $\alpha_3$  の第 1 のセットを求める。同様に、ステップ S 3 0 4 で、第 2 の熱処理温度で試料を準熱平衡状態にして、赤外吸収線の各ピーク強度を測定し、比例係数、 $\alpha_1$ 、 $\alpha_2$ 、 $\alpha_3$  の第 2 のセットを求める。第 1 の熱処理温度は、たとえば 6 0 0、第 2 の熱処理温度は、たとえば 6 5 0 である。

10

【 0 0 5 4 】

図 5 は、6 0 0 で加熱処理を施したときの赤外吸収線のピーク強度と全体の窒素濃度との関係を示すグラフである。図 6 は、6 5 0 で加熱処理を施したときの、赤外吸収線のピーク強度と全体の窒素濃度との関係を示すグラフである。これらのグラフから明らかなように、準熱平衡状態に到達した試料では、各ピークの強度と全体の窒素濃度はリニアな関係（比例関係）となる。

【 0 0 5 5 】

図 5 より、各ピークの傾きを求めると、

$$I_{963} = 1.32 \times 10^{-18} [ N ]$$

$$I_{996} = 2.35 \times 10^{-18} [ N ]$$

$$I_{1018} = 1.55 \times 10^{-18} [ N ]$$

20

という関係が成立し、 $\{ \alpha_1, \alpha_2, \alpha_3 \}$  の第 1 のセットが求まる。

【 0 0 5 6 】

同様に、図 6 から、各ピークの傾きを求めると、

$$I_{963} = 1.30 \times 10^{-18} [ N ]$$

$$I_{996} = 2.13 \times 10^{-18} [ N ]$$

$$I_{1018} = 8.31 \times 10^{-19} [ N ]$$

という関係が成立し、 $\{ \alpha_1, \alpha_2, \alpha_3 \}$  の第 2 のセットが求まる。

【 0 0 5 7 】

次に、ステップ S 3 0 5 で、F Z 法で作製されたウエハを用いて実測に基づいて第 1 の換算係数  $\beta_{963}$  を求める。上述したように、実験から  $\beta_{963} = 1.83 \times 10^{17}$  であることが分かっている。

30

【 0 0 5 8 】

この段階で、式 ( 5 ) における第 1 の換算係数  $\beta_{963}$  と、2 通りの比例係数のセットが分かっているので、式 ( 5 ) について、2 つの未知数  $\beta_{996}$  と  $\beta_{1018}$  を残して連立方程式が成立する。

【 0 0 5 9 】

ステップ S 3 0 7 で連立方程式を解くことによって、第 2 および第 3 の換算係数  $\beta_{996}$  と  $\beta_{1018}$  を決定する。決定された換算係数は、

$$\beta_{996} = 2.54 \times 10^{17}$$

$$\beta_{1018} = 1.04 \times 10^{17}$$

40

である。

【 0 0 6 0 】

準熱平衡状態でのピーク強度と全体の窒素濃度との比例関係に基づいて決定した換算係数は、より信頼性が高い。このような換算係数を用いることによって、同じ C Z インゴットから切り出された任意のウエハについて、室温で赤外吸収差スペクトルのピーク強度を測定し、式 ( 6 ) の単純な掛け算と足し算を行うだけで、全体の窒素濃度を容易かつ高精度に求めることができる。

【 0 0 6 1 】

( 数 6 )

50

$$[N] = (1.83 \times 10^{17} \times I_{963}) + (2.54 \times 10^{17} \times I_{996}) + (1.04 \times 10^{17} \times I_{1018}) \quad (6)$$

式(6)は、温度に関わらず、全てのウエハに適用可能である。この実施形態によれば、最初の試料で換算係数を決定する際に準熱平衡状態にするための熱処理を行うが、いったん換算係数が決定されると、それ以降の任意のウエハの評価において、もはや熱処理を行う必要はない。すなわち、任意のウエハにおいて、所定の波数での赤外吸収線ピークを測定し、あらかじめ求めた換算係数を用いて乗算と加算のみの簡単な計算で、ウエハ全体の窒素濃度を精度よく迅速に定量化できる。

#### 【0062】

図4の方法で決定した信頼性の高い換算係数を、図3のシリコン結晶の評価に適用した場合は、より正確にシリコン結晶の欠陥評価を行うことができる。この場合、図3のステップS205で窒素濃度がしきい値以上である場合に(S205でNO)、ステップS209～ステップS213を行うことなく、直接ステップS215へ進んで、そのロットの処理を中止してもよい。

#### 【0063】

また、実施形態では、窒素濃度の定量を、インゴットから切り出され表面改質処理がなされたアニールドウエハの評価を例にとって説明したが、本発明は、結晶成長中(as-grown)のCZシリコン中の不純物窒素濃度の定量にも適用可能である。

#### 【0064】

最後に、上記説明に関して、以下の付記を開示する。

(付記1) CZ法で作製されたシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料に含まれる第1～第3の不純物窒素成分に対応する第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を、前記第1～第3の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第1～第3の換算係数を求めるステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハについて、前記第1～第3の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

前記測定した第1～第3の赤外吸収線ピークと、前記第1～第3の換算係数を用いて、前記任意のウエハの全体の窒素濃度を算出するステップとを含むシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

(付記2) 前記任意のウエハにおける赤外吸収線ピーク測定ステップは、熱処理を行うことなく室温で行われることを特徴とする付記1に記載のシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

(付記3) 前記第1～第3の換算係数を求めるステップは、

前記試料の全体の窒素濃度[N]を実測し、

2つの異なる条件で、前記試料の第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を測定して、2組の第1～第3のピーク強度を獲得し、

FZ法で作製されたシリコンウエハで、前記第1の赤外吸収線ピーク強度を前記第1の不純物窒素成分の濃度に換算する第1の換算係数 $\alpha_1$ を求め、

前記試料の窒素濃度[N]、第1の換算係数 $\alpha_1$ 、および2組の第1～第3のピーク強度に基づいて、前記第2および第3の換算係数 $\alpha_2$ および $\alpha_3$ を決定することを特徴とする付記1に記載のシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

(付記4) 前記2つの異なる条件は、2つの異なる温度による準熱平衡状態であることを特徴とする付記3に記載のシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

(付記5) 前記第1～第3の不純物窒素成分は、それぞれNNペア、NNO複合体、NNO<sub>2</sub>複合体であることを特徴とする付記1に記載のシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

(付記6) CZ法で作製され第1～第3の不純物窒素成分を含むシリコンインゴットから切り出された1の試料で、当該試料の全体の窒素濃度[N]を実測するステップと、

前記試料を第1の温度まで加熱し、準熱平衡状態で当該試料の第1～第3の赤外吸収線ピーク強度を測定し、各ピーク強度と前記窒素濃度[N]との関係を表わす第1～第3の

比例係数の第 1 の組を求めるステップと、

前記試料を第 2 の温度まで加熱し、準熱平衡状態で当該試料の第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピーク強度を測定し、各ピーク強度と前記窒素濃度 [ N ] との関係を表わす第 1 ~ 第 3 の比例係数の第 2 の組を求めるステップと、

F Z 法で作製されたシリコンウエハで、前記第 1 の赤外吸収線ピーク強度を、前記第 1 の不純物窒素成分の濃度に換算する第 1 の換算係数 1 を求めるステップと、

前記第 1 の換算係数 1 と、前記 2 組の第 1 ~ 第 3 の比例係数に基づいて、前記第 2 および第 3 の赤外線吸収ピーク強度を前記第 2 および第 3 の不純物窒素成分の濃度に換算する第 2 および第 3 の換算係数 2、 3 を決定するステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハで、前記第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピーク強度を測定し、前記第 1 ~ 第 3 の換算係数を用いて、当該任意のウエハの窒素濃度を算出するステップと

を含むことを特徴とするシリコン結晶の窒素濃度定量化方法。

( 付記 7 ) C Z 法で作製されたシリコンインゴットから切り出された 1 の試料で、当該試料に含まれる第 1 ~ 第 3 の不純物窒素成分に対応する第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピーク強度を、前記第 1 ~ 第 3 の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第 1 ~ 第 3 の換算係数を求めるステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された任意のウエハで、熱処理を施すことなく前記第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

前記測定した第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピークと、前記あらかじめ求めた第 1 ~ 第 3 の換算係数を用いて、前記任意のウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと、

前記算出された窒素濃度を、所定のしきい値と比較し、当該しきい値よりも小さい場合に、前記任意のウエハを合格判断するステップと

を含むシリコン結晶の評価方法。

( 付記 8 ) 前記任意のウエハで算出された窒素濃度が所定のしきい値よりも小さい場合は、前記任意のウエハの表層で、酸素析出を生じさせることなく、ボイド欠陥のサイズが十分に低減されていることを特徴とする付記 7 に記載のシリコン結晶の評価方法。

( 付記 9 ) C Z 法で作製されたシリコンインゴットから切り出された 1 の試料で、当該試料に含まれる第 1 ~ 第 3 の不純物窒素成分に対応する第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピーク強度を、前記第 1 ~ 第 3 の不純物窒素成分のそれぞれの濃度に換算する第 1 ~ 第 3 の換算係数を求めるステップと、

前記シリコンインゴットから切り出された複数のウエハからなる任意のロットの評価用ウエハで、前記第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピークを測定するステップと、

前記測定した第 1 ~ 第 3 の赤外吸収線ピークと、前記あらかじめ求めた第 1 ~ 第 3 の換算係数を用いて、前記評価用ウエハの全体の窒素濃度を算出するステップと、

前記算出された窒素濃度を、所定のしきい値と比較して、当該所定のしきい値よりも小さい場合に、前記ロットで前記複数のウエハの各々に半導体素子を形成するプロセスに進むステップと

を含む半導体装置の製造方法。

( 付記 10 ) 前記評価用ウエハで算出された窒素濃度が所定のしきい値よりも小さい場合は、前記評価用ウエハの表層で、酸素析出を生じさせることなく、ボイド欠陥のサイズが十分に低減されているとみなし、

前記ロットの複数のウエハの各々について、表層の活性領域に前記半導体素子を形成することを特徴とする付記 9 に記載の半導体装置の製造方法。

ことを特徴とする付記 7 に記載のシリコン結晶の評価方法。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 5 】

【 図 1 】窒素添加 C Z シリコン結晶の赤外吸収差スペクトルの一例を示す図である。

【 図 2 】本発明の一実施形態に係るシリコン結晶内の窒素濃度換算係数の決定方法を示すフローチャートである。

【図3】図2の方法で決定した換算係数を用いるシリコン結晶の評価方法を示すフローチャートである。

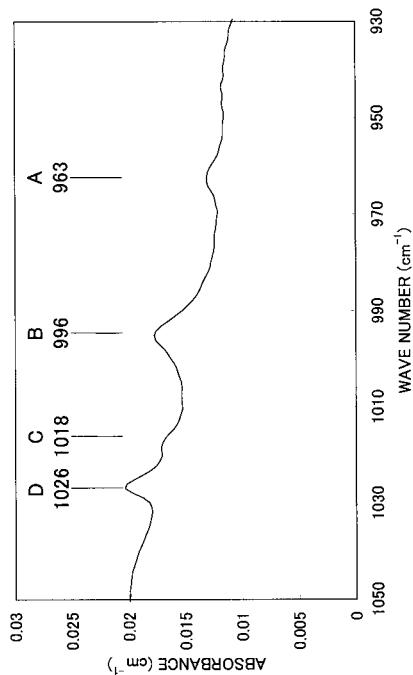
【図4】本発明の別の実施形態に係るシリコン結晶内の窒素濃度換算係数の決定方法を示すフローチャートである。

【図5】第1の熱処理温度による準熱平衡状態での赤外吸収線ピークと全体の窒素濃度との関係を示すグラフである。

【図6】第2の熱処理温度による準熱平衡状態での赤外吸収線ピークと全体の窒素濃度との関係を示すグラフである。

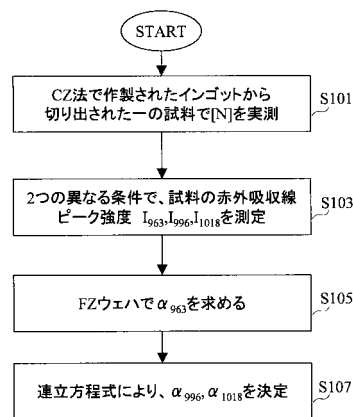
【図1】

窒素添加CZシリコン結晶の赤外吸収差スペクトル



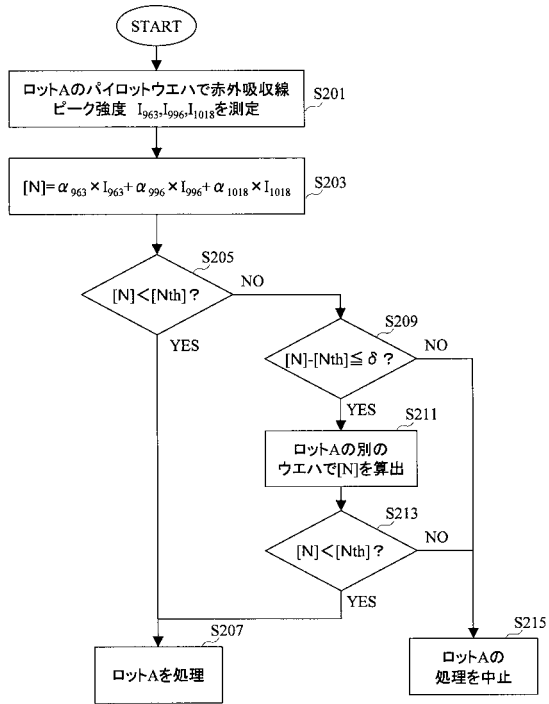
【図2】

シリコン結晶内の窒素濃度換算係数の決定方法



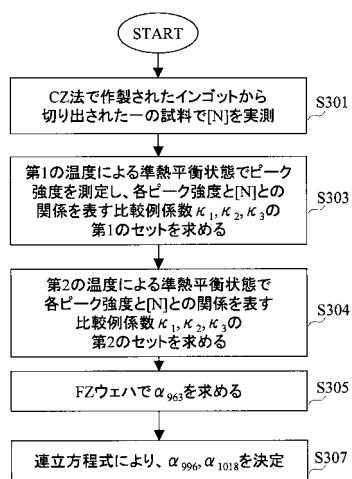
【 図 3 】

シリコン結晶の評価方法



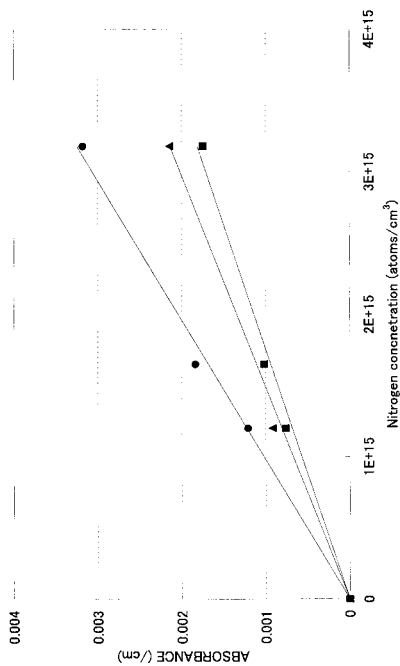
【 図 4 】

本発明の別の実施形態に係る窒素濃度換算係数の決定方法



【 図 5 】

600°Cで加熱処理を施して準熱平衡状態に到達させたときの赤外吸収線のピーク強度と全体の窒素濃度の関係



【 図 6 】

650°Cで加熱処理を施して準熱平衡状態に到達させたときの赤外吸収線のピーク強度と全体の窒素濃度の関係

