

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年3月14日(14.03.2019)



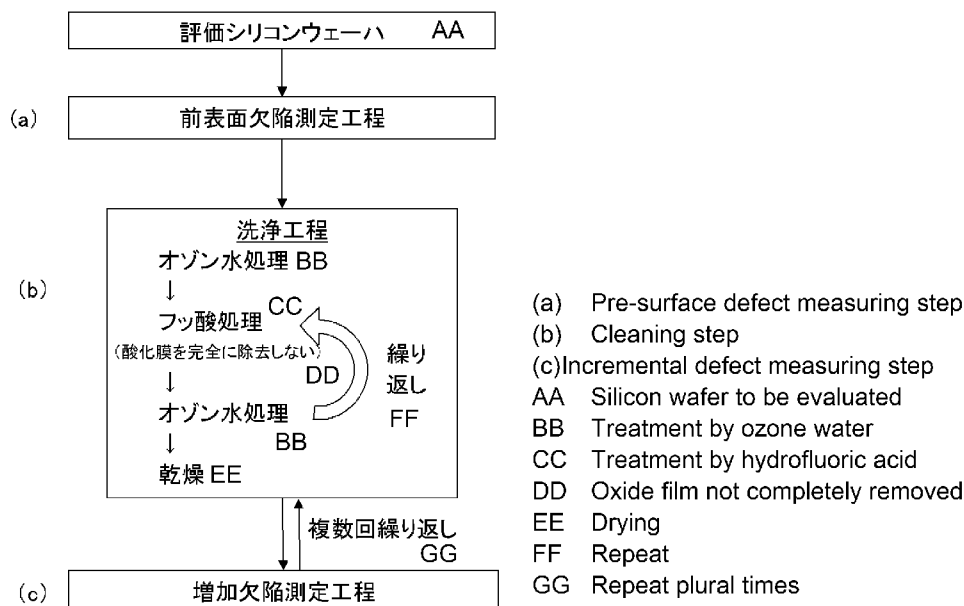
(10) 国際公開番号

WO 2019/049641 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/66 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/030614
- (22) 国際出願日: 2018年8月20日(20.08.2018)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2017-171164 2017年9月6日(06.09.2017) JP
特願 2018-079891 2018年4月18日(18.04.2018) JP
- (71) 出願人: 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 五十嵐 健作 (IGARASHI Kensaku); 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 阿部 達夫 (ABE Tatsuo); 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫, 外 (YOSHIMIYA Mikio et al.); 〒1100005 東京都台東区上野7丁目6番11号 第一下谷ビル8F Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,

(54) Title: SILICON WAFER EVALUATION METHOD AND SILICON WAFER MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称: シリコンウェーハの評価方法及びシリコンウェーハの製造方法



(57) Abstract: The present invention provides a silicon wafer evaluation method comprising: a pre-surface defect measuring step of performing surface defect measurement with respect to the silicon wafer in advance; a cleaning step of alternately performing, with respect to the silicon wafer, an oxidizing process using ozone water and an oxide film removing process using hydrofluoric acid under a condition such that an oxide film formed on a silicon wafer surface is not completely removed; and an incremental defect measuring step of performing surface defect measurement with respect to

DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第21条(3))

the silicon wafer after the cleaning step, and measuring an incremental defect representing an increase over the defect that has been measured in the pre-surface defect measuring step. The silicon wafer evaluation method is characterized in that the cleaning step and the incremental defect measuring step are alternately performed a plurality of times, and the silicon wafer is evaluated on the basis of the result of measuring the incremental defect after each cleaning step. Thus, provided is a silicon wafer evaluation method with which it becomes possible to evaluate only a defect induced by processing, such as polishing, while excluding crystal-induced defects and particles generated by cleaning and the like.

(57) 要約: 本発明は、シリコンウェーハの評価方法であって、前記シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程と、前記シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、前記シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、該洗浄工程後の前記シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前記前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを有し、前記洗浄工程と前記増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて前記シリコンウェーハを評価することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法である。これにより、結晶起因の欠陥や洗浄等で発生するパーティクル等を除いた、研磨等の加工起因の欠陥のみを評価することができるシリコンウェーハの評価方法が提供される。

明 細 書

発明の名称：

シリコンウェーハの評価方法及びシリコンウェーハの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリコンウェーハの評価方法及びシリコンウェーハの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 研磨後のウェーハ品質は日々改善しており、研磨洗浄後のウェーハの品質を確認する上で、確認された異常が研磨起因、洗浄起因、又は結晶起因のものかを切り分けることが難しくなっている。

[0003] 現在、研磨状態の品質を評価するには、大量のウェーハを研磨して品質のトレンドを追うしか方法がなく、その品質の差が様々な外的要因により変わってしまうため評価が難しい。また、従来は、研磨後のウェーハを一回測定するだけであり、膨大な量のウェーハを製造するなかで従来のように抜き取り検査を行っても、研磨品質の異常を検出することは非常に難しかった。また異常値がはっきりと分かる段階では既に手遅れになることが多かった。

[0004] 従来からある表面品質の評価方法としてSC1-R T法があるが、これはシリコン結晶起因の欠陥や金属汚染の評価を行うための方法であり、研磨等の加工起因の欠陥（加工欠陥）を評価する方法ではなかった（特許文献1）。

[0005] また、SC1-R T法はアルカリ水溶液を使用しているため、原理上Si、SiO₂ともにエッチングを行ってしまうためウェーハ表面粗さの悪化が著しい。

[0006] また、従来のオゾン水とHF処理によるウェーハの品質評価方法は、自然酸化膜を全て除去する（剥離する）工程を含んでおり（特許文献2）、このように酸化膜の完全除去を行ってしまうと、結晶起因の欠陥の顕在化が起きてしまい、研磨等の加工欠陥を評価することができなかった。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2002-353281号公報

特許文献2：特開2013-004760号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであって、結晶起因の欠陥や洗浄等で発生するパーティクル等を除いた、研磨等の加工起因の欠陥のみを評価することができるシリコンウェーハの評価方法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

[0009] 上記課題を解決するために、本発明は、シリコンウェーハの評価方法であって、

前記シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程と、

前記シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、前記シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、

該洗浄工程後の前記シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前記前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを有し、

前記洗浄工程と前記増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて前記シリコンウェーハを評価することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

[0010] このようなシリコンウェーハの評価方法であれば、洗浄工程で結晶起因の欠陥を顕在化させずに加工欠陥のみを顕在化させることができ、各洗浄工程後に測定される増加欠陥の増加傾向を見ることができ、結晶起因の欠陥や洗浄等

で発生するパーティクル等を除いた加工欠陥のみを評価することが可能となり、研磨等の加工品質を評価することができる。

[0011] またこの場合、前記酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理を、フッ酸濃度0.1～1.0%とし、処理時間を2秒～20秒として行うことが好ましい。

[0012] このようなフッ酸による酸化膜除去処理とすれば、自然酸化膜厚さを制御することができるため、より確実に、酸化膜を完全に除去せずに、酸化膜除去を行うことができる。

[0013] またこの場合、前記洗浄工程を、前記オゾン水による酸化処理と前記フッ酸による酸化膜除去処理とを交互に5回以上繰り返して行うことが好ましい。

[0014] このように、オゾン水による酸化処理とフッ酸による酸化膜除去処理を5回以上繰り返すことにより、確実に、加工欠陥を顕在化させることができるので、より正確に加工品質を評価することができる。

[0015] またこの場合、前記シリコンウェーハとして、鏡面研磨後のものを用いることが好ましい。

[0016] 本発明のシリコンウェーハの評価方法では、鏡面研磨後のシリコンウェーハを用いることで、研磨品質の評価を行うことができる。

[0017] また、本発明のシリコンウェーハの評価方法では、前記各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて、前記シリコンウェーハの加工起因の欠陥を評価することができる。

[0018] 本発明のシリコンウェーハの評価方法では、洗浄工程で研磨等の加工欠陥のみを顕在化させることができ、また各洗浄工程後に測定される増加欠陥の増加傾向を見ることで、加工起因の欠陥のみを評価することができるため、加工品質の評価をすることが可能である。

[0019] また、本発明は、鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行って製品となるシリコンウェーハを製造する方法であって、
鏡面研磨前の実験用シリコンウェーハを準備する工程と、

前記鏡面研磨前の実験用シリコンウェーハに対して、所定の鏡面研磨条件で鏡面研磨を行う工程と、

前記実験用シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程と、

前記実験用シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、前記実験用シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、

該洗浄工程後の前記実験用シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前記前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを有し、

前記洗浄工程と前記増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて前記実験用シリコンウェーハを評価し、

前記実験用シリコンウェーハの評価に基づいて、前記鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行った後の研磨品質が所望の研磨品質となるような前記鏡面研磨における鏡面研磨条件を特定し、

前記特定した鏡面研磨条件で、前記鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行って前記製品となるシリコンウェーハを製造することを特徴とするシリコンウェーハの製造方法を提供する。

[0020] このようなシリコンウェーハの製造方法であれば、実験用シリコンウェーハについて洗浄工程で結晶起因の欠陥を顕在化させずに加工欠陥のみを顕在化させることができ、各洗浄工程後に測定される増加欠陥の増加傾向を見ることで、結晶起因の欠陥や洗浄等で発生するパーティクル等を除いた加工欠陥のみを評価することが可能となる。この実験により、鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して、どのような鏡面研磨条件で鏡面研磨を行えば、所望の研磨品質が得られるかを特定することができる。そのように特定した鏡面研磨条件でシリコンウェーハを製造することにより、所望の研磨品質を有する鏡面研磨シリコンウェーハを製造することができる。

発明の効果

[0021] 本発明のシリコンウェーハの評価方法では、洗浄工程で結晶起因の欠陥を顕在化させずに加工欠陥のみを顕在化させることができ、また、各洗浄工程後に測定される増加欠陥の増加傾向を見ることで、結晶起因の欠陥や洗浄等で発生するパーティクル等を除いた、研磨等による加工欠陥のみを評価することができる。また、本発明ではウェーハの表面粗さを悪化させずに洗浄を行うことができ、微小粒径での測定が可能となる。また、本発明のシリコンウェーハの製造方法では、加工欠陥のみを評価した実験用シリコンウェーハの評価に基づいて鏡面研磨条件を特定することにより、所望の研磨品質を有する鏡面研磨シリコンウェーハを製造することができる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]本発明のシリコンウェーハの評価方法の一実施形態を示す工程フロー図である。

[図2]実施例中のオゾン水による処理→フッ酸による処理の合計繰り返し回数と増加欠陥数との関係を示すグラフである。

[図3] (A) 実施例における洗浄後のウェーハ表面を観察したSEM画像、(B) 比較例で検出された欠陥のSEM画像である。

発明を実施するための形態

[0023] 上述したように、従来のシリコンウェーハの評価方法では、結晶起因の欠陥の顕在化が起きてしまい、研磨等の加工欠陥を評価することができないという問題があった。

[0024] そして、本発明者らは上記の問題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、オゾン水による酸化処理と、シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、該洗浄工程後の前記シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを交互に複数回繰り返し、各洗浄工程後の増加欠陥の測定結果に基づいてシリコンウェーハを評価すれば、洗浄工程で結

晶起因の欠陥を顕在化させずに加工起因の欠陥のみを顕在化させることができ、研磨等の加工起因の欠陥のみを評価することができることを見出し、本発明に到達した。

[0025] 即ち、本発明は、シリコンウェーハの評価方法であって、

前記シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程と、

前記シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、前記シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、

該洗浄工程後の前記シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前記前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを有し、

前記洗浄工程と前記増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて前記シリコンウェーハを評価することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

[0026] 以下、本発明のシリコンウェーハの評価方法を説明する。図1は、本発明のシリコンウェーハの評価方法の一実施形態を示す工程フロー図である。

[0027] 評価対象となるシリコンウェーハとしては、特に限定されないが、鏡面研磨後のシリコンウェーハが好ましい。鏡面研磨後のシリコンウェーハを用いれば、PID (Polishing Induced Defect) 等の研磨起因の欠陥を評価することができ、研磨品質の評価を行うことができる。

[0028] まず、評価するシリコンウェーハに対して予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程を行う(図1(a))。例えば、KLA-Tencor社製Surfscan SP5を用いて行うことができる。加工欠陥は40nmより大きな粒径はほとんどないため、測定粒径は40nm以下で十分である。

[0029] 次いで、オゾン水による酸化処理と、シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交

互に繰り返す洗浄工程を行う（図 1（b））。この洗浄工程は、枚葉式洗浄装置で行うことが好ましい。

[0030] 洗浄工程（b）は、研磨等の加工欠陥を顕在化させる工程である。酸化膜を完全に除去せずにフッ酸による酸化膜除去と、オゾン水によるウェーハ表面の再酸化を行うことによって、結晶起因の欠陥を顕在化させずに、研磨等の加工欠陥のみを顕在化させることができる。

[0031] 従来の SC1-R T 法（例えば、特開 2000-208578 号公報）や、従来のオゾン水と HF 処理によるウェーハの品質評価方法では、研磨等の加工欠陥を評価することはできないが、本発明では酸化膜を完全に除去しないで、オゾン水とフッ酸を用いた繰り返しによる洗浄を行うことによって、結晶起因の欠陥を顕在化させずに、加工起因の欠陥のみを顕在化させて評価することが可能となる。また、ウェーハの表面粗さを悪化させずに洗浄を行うことができ、微小粒径での測定が可能となる。

[0032] このように研磨等の加工欠陥のみを顕在化させることで、加工欠陥のみを評価することが可能となる。

[0033] 尚、本発明における洗浄工程（b）で結晶起因の欠陥を顕在化させずに、研磨等の加工欠陥のみを顕在化させることができる理由は以下の通りである。加工欠陥は、研磨等の加工時にウェーハにひずみが発生し変質層となっている。フッ酸によってウェーハの酸化膜は除去されるが、加工変質層の部分の酸化膜は周りの酸化膜と異なるエッチングレートとなり、オゾン水による処理とフッ酸による処理とを交互に繰り返し行うことで顕在化していく。これは、フッ酸による酸化膜を残すエッチング処理を行うことによって、加工変質層と周りの箇所の酸化膜厚さに差が生じ（加工変質層の部分の酸化膜が厚い）、オゾン水により酸化膜を再形成させる（酸化膜厚さを均一に戻す）処理を繰り返し行うことによって、より差が顕著になっていくためである。酸化膜を完全に除去した場合、加工変質層の酸化膜部分も除去されてしまうために繰り返しオゾン水処理とフッ酸処理を行っても酸化膜がないために酸化膜厚さに差が生じず顕在化が起きなくなり、加工起因の欠陥評価が不可能と

なる。

[0034] また、本発明のように酸化膜を完全に除去せずに、オゾン水とフッ酸処理を繰り返し行うことで、エッチング量を少なくし酸化膜を常に残すことで酸素析出物などの結晶欠陥や金属汚染によるピットなどの欠陥を顕在化させることはない。

[0035] 一方、従来のSC1-RT法では、エッチングを多量に行うことによる顕在化で、加工欠陥だけではなく酸素析出物などの結晶欠陥も顕在化させることとなる。

[0036] また、従来のオゾン水とHF処理によるウェーハの品質評価方法は自然酸化膜を全て除去する（剥離する）工程を含んでおり、オゾン水とフッ酸を用いて酸化膜を完全に除去することで表面粗さを悪化させずに評価することは可能であるが、この手法ではHFにより自然酸化膜を除去する際に結晶欠陥も顕在化してしまう。

[0037] 本発明におけるオゾン水のオゾン濃度は特に限定されないが、5ppm～30ppmとすることが好ましい。自然酸化膜を生成するためには5ppm以上とすることが好ましく、実質的実行濃度の観点からは、30ppm以下とすることが好ましい。また、1回当たりのオゾン水による処理時間は、自然酸化膜を生成するためには10秒以上の時間とすることが好ましい。

[0038] フッ酸濃度は特に限定されないが、0.1～1.0%とすることが好ましい。0.1%以上であれば、濃度制御を正確に行うことができるために好ましい。また、自然酸化膜の膜厚を制御するためには、1.0%以下とすることが好ましい。また、1回当たりのフッ酸処理時間は2秒～20秒程度が好ましい。2秒以上であれば、ウェーハへ供給されたフッ酸が行き渡り、20秒以下であれば、確実に酸化膜を残して酸化膜除去処理を行うことができるために好ましい。

[0039] オゾン水による酸化処理と、フッ酸による酸化膜除去処理の繰り返し回数は、5回～50回程度が好ましい。繰り返し回数が5回以上であれば、確実に加工欠陥を顕在化させることができる。また、50回以下であれば、洗浄

工程時間を抑えることができ、スループットが上がるため好ましい。さらに、50回以下であれば、シリコンウェーハの表面粗さを悪化させることなく評価ができるために好ましい。また、50回より多く繰り返さずとも、ウェーハの加工品質傾向を把握することができるために十分である。

[0040] 次いで、洗浄工程（b）後のシリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前表面欠陥測定工程（a）で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程（c）を行う。

[0041] この増加欠陥測定工程（c）では、前表面欠陥測定工程（a）で測定された欠陥に対する増加した欠陥のみの数を測定する。測定は、例えば、前表面欠陥測定工程と同様にKLA-Tencor社製Surfscan SP5を用い、同点座標測定を行うことで、増加した欠陥のみの増加数を測定することができる。

[0042] その後、再度洗浄工程（b）と増加欠陥測定工程（c）を行う。これを複数回行い、各洗浄工程後の増加欠陥の測定結果、例えば、増加欠陥の増加傾向（傾き）、又は、増加欠陥の増加量に基づいて、シリコンウェーハを評価する。

[0043] このように、洗浄工程（b）と増加欠陥測定工程（c）とを交互に複数回行い、増加欠陥の測定結果（増加欠陥の傾きまたは増加欠陥数）に基づいてシリコンウェーハを評価することで、結晶起因の欠陥や洗浄等で発生するパーティクル等を除いた、研磨等の加工欠陥のみを評価することができる。

[0044] 研磨等の加工条件の良好なものでは、加工起因の欠陥は発生しない（少ない）ので洗浄工程（b）と増加欠陥測定工程（c）を繰り返しても、増加欠陥の増加の傾きは小さく、増加欠陥数は少ない。一方で、研磨加工品質が悪いと、加工起因の欠陥が発生するので洗浄と表面欠陥測定を繰り返すと増加欠陥の増加の傾きが大きくなり増加欠陥数は多くなる。この傾き又は増加欠陥数に基づいて研磨加工品質を評価することで、その時点での加工状態を確認することができる。

[0045] 即ち、増加欠陥の線形近似をとった時、傾きの大きいもの、又は増加欠陥

数が大きいものほど、潜在的な加工欠陥を含んでおり、加工品質が悪いこととなる。

[0046] 以上のように、本発明では、オゾン水とフッ酸を用いて酸化膜を完全に除去せずに洗浄を繰り返し行う事によって、ウェーハの表面粗さの悪化やパーティクル等の付着を抑制するだけでなく、結晶起因の欠陥を顕在化させずに、研磨等の加工欠陥のみを顕在化させることができる。また、各洗浄工程後に測定される増加欠陥の増加傾向を見ることで、結晶起因の欠陥や洗浄等で発生するパーティクル等を除いた、研磨等の加工起因の欠陥のみを評価することができる。また今までにない微小領域での欠陥評価が可能になった。

[0047] また、上記のシリコンウェーハの評価方法は、鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行って製品となるシリコンウェーハを製造する方法に適用することができる。このシリコンウェーハの製造方法では、製品となるシリコンウェーハを製造する前に、実験用シリコンウェーハに対して上記シリコンウェーハの評価方法に沿った実験を行って、鏡面研磨における鏡面研磨条件を予め特定し、特定した鏡面研磨条件で鏡面研磨を行って製品となるシリコンウェーハの製造を行う。具体的には、以下のようにしてシリコンウェーハの製造を行う。

[0048] まず、鏡面研磨前の実験用シリコンウェーハを準備する。次に、この鏡面研磨前の実験用シリコンウェーハに対して、所定の鏡面研磨条件で鏡面研磨を行う。このようにして鏡面研磨を行った実験用シリコンウェーハに対して、上記のシリコンウェーハの評価方法と同様、前表面欠陥測定工程、洗浄工程、増加欠陥測定工程を行う（図1（a）～（c）参照）。具体的には、以下のように各工程を行う。まず、鏡面研磨を行った実験用シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程を行う。次に、実験用シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、実験用シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程を行う。次に、洗浄工程後の実験用シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前表面欠陥測定工

程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程を行う。

[0049] 上記の洗浄工程と増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の増加欠陥の測定結果に基づいて実験用シリコンウェーハを評価する。さらに、この実験用シリコンウェーハの評価に基づいて、鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行った後の研磨品質が所望の研磨品質となるような鏡面研磨における鏡面研磨条件を特定する。ここで特定した鏡面研磨条件で、鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行って製品となるシリコンウェーハを製造する。

[0050] 鏡面研磨後の加工欠陥が発生しない（少ない）研磨条件で研磨された鏡面研磨シリコンウェーハは、洗浄工程（b）と増加欠陥測定工程（c）を繰り返しても、増加欠陥の増加の傾きは小さく、増加欠陥数は少ない。一方で、研磨加工品質が悪いと、加工起因の欠陥が発生するので洗浄と表面欠陥測定を繰り返すと増加欠陥の増加の傾きが大きくなり増加欠陥数は多くなる。この傾き又は増加欠陥数に基づいて実験用シリコンウェーハにおける研磨加工品質を評価することで、鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して、どのような鏡面研磨条件で鏡面研磨を行えば、所望の研磨品質が得られるかを特定することができる。

[0051] より具体的には、増加欠陥の線形近似をとった時、傾きがないか小さくなるような鏡面研磨条件を選ぶことができる。例えば、図1に示すフローでフッ酸→オゾン水の繰り返し回数10回辺り増加欠陥数が平均して10個以下、5個以下、又は1個以下になるようにして鏡面研磨条件を設定することができる。

実施例

[0052] 以下、実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0053] （実施例）

異なる研磨条件（研磨条件1～4）で最終研磨され、洗浄が終了したシリ

コンウェーハを用いて、前表面欠陥測定を行った（図 1（a））。前表面欠陥測定を行ったウェーハに対して、オゾン水による酸化処理とフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返すことによって洗浄を行った（図 1（b））。

[0054] 洗浄条件は、オゾン水濃度 10 ppm、1 回当たりのオゾン水処理時間を 20 秒、フッ酸濃度 0.3%、1 回当たりのフッ酸処理時間 5 秒とし、図 1 に示すフローでフッ酸→オゾン水の繰り返し回数を 5 回として洗浄を行い、その後乾燥した。尚、いずれのフッ酸処理も、ウェーハ表面に厚さを残して酸化膜除去を行った。

[0055] 次いで、洗浄工程後のシリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前表面欠陥測定工程（a）で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定した（図 1（c））。尚、前表面欠陥測定及び増加欠陥測定は、KLA-Tencor 社製 Surfscan SP5 を用いて粒径 19 nm 以上で測定を行い、同点座標測定を行うことによって、増加した増加欠陥のみを測定した。

[0056] 洗浄工程と増加欠陥測定工程を、オゾン水による処理→フッ酸による処理の合計繰り返し回数が 50 回となるまで（即ち、洗浄工程と増加欠陥測定工程の繰り返し回数が 10 回となるまで）、繰り返し行った。

[0057] 各洗浄工程後の、前表面欠陥測定の結果に対して増加した欠陥のみの個数を増加欠陥数として、オゾン水による処理→フッ酸による処理の合計繰り返し回数と増加欠陥数をまとめて表 1 に示した。また、オゾン水による処理→フッ酸による処理の合計繰り返し回数と増加欠陥数との関係をグラフにプロットしたものを図 2 に示す。表 1 及び図 2 に基づいて、増加欠陥の増加の傾きまたは欠陥の増加量を評価した。

[0058] また、洗浄後のウェーハ表面を SEM で観察したところ、ウェーハ表面に結晶欠陥は顕在化しておらず、図 3（A）に示すような加工欠陥のみが顕在化していることが判り、加工品質の評価が可能であることが判った。

[0059] 図 2 に示されるように、研磨条件 1～4 では、研磨条件ごとに増加欠陥の

増加の傾きが異なっており、研磨条件 1 は増加の傾きがほぼ無いため、加工起因の欠陥は発生していない、即ち研磨品質が良いことが判った。また、研磨条件 2～4 では、増加の傾きが大きいほど、即ち研磨条件 4、研磨条件 3、研磨条件 2 の順で、研磨品質が悪いことが判った。

[0060] [表1]

オゾン水処理→フッ酸処理 の合計繰り返し回数	前表面欠陥測定結果に対する増加欠陥数			
	研磨条件1	研磨条件2	研磨条件3	研磨条件4
5	5	8	15	20
10	6	8	20	31
15	7	13	22	39
20	6	15	30	47
25	5	19	34	55
30	7	23	41	67
35	6	25	48	74
40	5	27	58	78
45	7	31	62	90
50	6	35	68	105

[0061] (比較例)

特開 2000-208578 号に記載の SC1-RT 法による評価方法で、シリコンウェーハの評価を行った。具体的には、アンモニア、過酸化水素、水よりなる処理液を用い、シリコンウェーハ表面にエッチング処理を施して欠陥を検出した。しかしながら、当該処理で検出したのは、主に図 3 (B) に示すようなパーティクルや結晶欠陥であった。また、KLA-Tencor 社製 Surfscan SP5 を用いても、粒径 19 nm 以上では表面粗さが悪化しているために、測定不可能であった。

[0062] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

請求の範囲

- [請求項1] シリコンウェーハの評価方法であって、
前記シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程と、
前記シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、前記シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、
該洗浄工程後の前記シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前記前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを有し、
前記洗浄工程と前記増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて前記シリコンウェーハを評価することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法。
- [請求項2] 前記酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理を、フッ酸濃度0.1～1.0%とし、処理時間を2秒～20秒として行うことを特徴とする請求項1に記載のシリコンウェーハの評価方法。
- [請求項3] 前記洗浄工程を、前記オゾン水による酸化処理と前記フッ酸による酸化膜除去処理とを交互に5回以上繰り返して行うことを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のシリコンウェーハの評価方法。
- [請求項4] 前記シリコンウェーハとして、鏡面研磨後のものを用いることを特徴とする請求項1から請求項3のいずれか一項に記載のシリコンウェーハの評価方法。
- [請求項5] 前記各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて、前記シリコンウェーハの加工起因の欠陥を評価することを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか一項に記載のシリコンウェーハの評価方法。
- [請求項6] 鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行って製品となるシリコンウェーハを製造する方法であって、

鏡面研磨前の実験用シリコンウェーハを準備する工程と、

前記鏡面研磨前の実験用シリコンウェーハに対して、所定の鏡面研磨条件で鏡面研磨を行う工程と、

前記実験用シリコンウェーハに対して、予め表面欠陥測定をする前表面欠陥測定工程と、

前記実験用シリコンウェーハに対して、オゾン水による酸化処理と、前記実験用シリコンウェーハ表面に形成されている酸化膜を完全に除去しない条件でのフッ酸による酸化膜除去処理とを交互に繰り返す洗浄工程と、

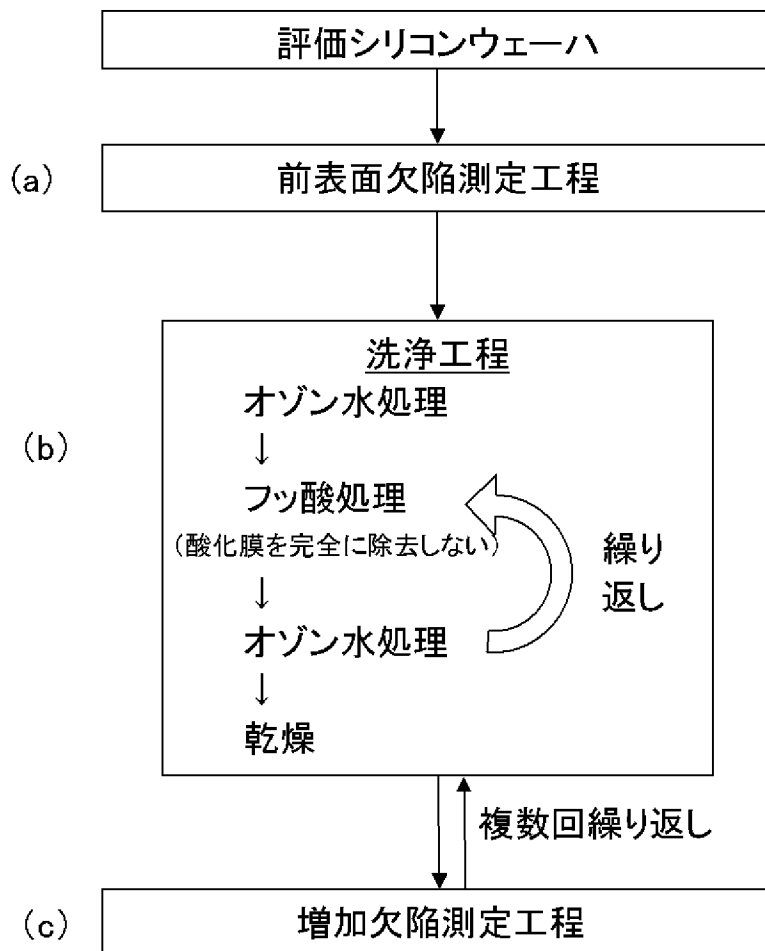
該洗浄工程後の前記実験用シリコンウェーハに対して表面欠陥測定を行い、前記前表面欠陥測定工程で測定された欠陥に対して増加した増加欠陥を測定する増加欠陥測定工程とを有し、

前記洗浄工程と前記増加欠陥測定工程を交互に複数回繰り返し行い、各洗浄工程後の前記増加欠陥の測定結果に基づいて前記実験用シリコンウェーハを評価し、

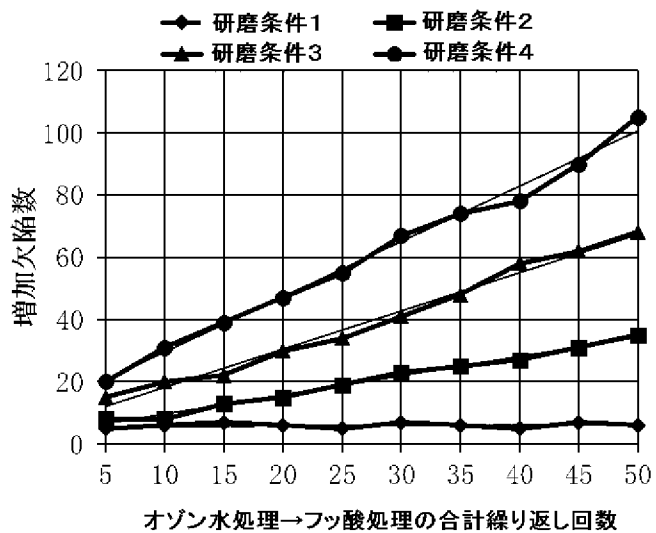
前記実験用シリコンウェーハの評価に基づいて、前記鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行った後の研磨品質が所望の研磨品質となるような前記鏡面研磨における鏡面研磨条件を特定し、

前記特定した鏡面研磨条件で、前記鏡面研磨前のシリコンウェーハに対して鏡面研磨を行って前記製品となるシリコンウェーハを製造することを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。

[図1]

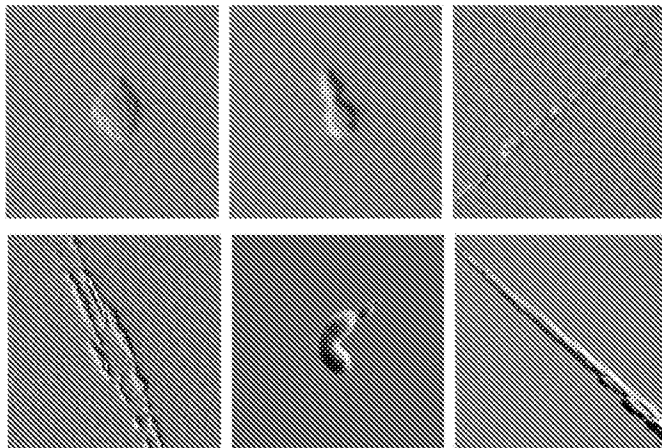


[図2]

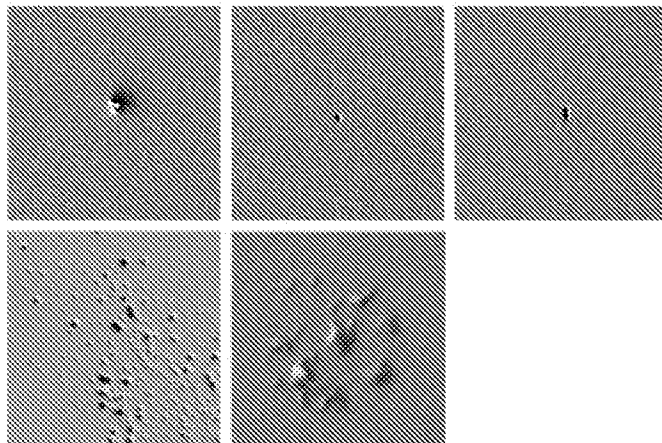


[図3]

(A)



(B)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/030614

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. H01L21/66 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. H01L21/66

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-270169 A (TOSHIBA CERAMICS CO., LTD.) 25 September 2003, paragraphs [0018]-[0022] (Family: none)	1-6
A	WO 2012/172724 A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) 20 December 2012, paragraph [0026], fig. 1 & US 2014/0048100 A1, paragraphs [0029], [0030], fig. 1 & DE 112012002437 T5 & CN 103608904 A & KR 10-2014-0058439 A & TW 201310513 A	1-6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
29.10.2018

Date of mailing of the international search report
06.11.2018

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/030614

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	JP 2017-219409 A (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) 14 December 2017, paragraphs [0033]-[0040], fig. 2 (Family: none)	1-6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01L21/66 (2006.01) i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01L21/66

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2003-270169 A (東芝セラミックス株式会社) 2003.09.25, 段落 0018-0022 (ファミリーなし)	1-6
A	WO 2012/172724 A1 (信越半導体株式会社) 2012.12.20, 段落 0026、 図 1 & US 2014/0048100 A1, Paragraphs 0029-0030, Figure 1 & DE 112012002437 T5 & CN 103608904 A & KR 10-2014-0058439 A & TW 201310513 A	1-6

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)	「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

29.10.2018

国際調査報告の発送日

06.11.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

堀江 義隆

50

9172

電話番号 03-3581-1101 内線 3559

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
P, A	JP 2017-219409 A (信越半導体株式会社) 2017. 12. 14, 段落 0033-0040、図 2 (ファミリーなし)	1-6