

(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2017-5213

(P2017-5213A)

(43) 公開日 平成29年1月5日(2017.1.5)

(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 L 4 M 1 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2015-120650 (P2015-120650) (22) 出願日 平成27年6月15日 (2015. 6. 15)</p>	<p>(71) 出願人 000190149 信越半導体株式会社 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 (74) 代理人 100102532 弁理士 好宮 幹夫 (72) 発明者 久米 史高 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越 半導体株式会社 磯部工場内 Fターム(参考) 4M106 AA01 CA08 CA10 DH09 DH60</p>
--	---

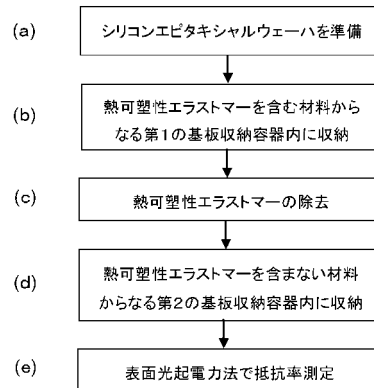
(54) 【発明の名称】 シリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】表面光起電力法を用いた場合でも、抵抗率の経時変化を抑制することができるシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法を提供する。

【解決手段】シリコンエピタキシャルウェーハを準備する工程 a と、熱可塑性エラストマーを含む材料からなる第 1 の基板収納容器内に収納する第 1 収納工程 b と、シリコンエピタキシャルウェーハの表面に付着した熱可塑性エラストマーを除去する清浄化工程 c と、清浄化したシリコンエピタキシャルウェーハを、熱可塑性エラストマーを含まない材料からなる第 2 の基板収納容器内に収納する第 2 収納工程 d と、清浄化したシリコンエピタキシャルウェーハの表面にコロナ放電により静電気を帯電させ、表面光起電力法によって抵抗率を測定する抵抗率測定工程 e と、を行う。

【選択図】 図 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

シリコンエピタキシャルウェーハを、熱可塑性エラストマーを含む材料からなる第 1 の基板収納容器内に収納する第 1 収納工程と、

前記シリコンエピタキシャルウェーハの表面に付着した熱可塑性エラストマーを除去する清浄化工程と、

清浄化した前記シリコンエピタキシャルウェーハを、熱可塑性エラストマーを含まない材料からなる第 2 の基板収納容器内に収納する第 2 収納工程と、

前記清浄化したシリコンエピタキシャルウェーハの表面にコロナ放電により静電気を帯電させ、表面光電圧法によって抵抗率を測定する抵抗率測定工程と

を有することを特徴とするシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法。

10

【請求項 2】

前記熱可塑性エラストマーの除去を硫酸 / 過酸化水素洗浄で行うことを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法。

【請求項 3】

前記熱可塑性エラストマーの除去をオゾン添加超純水洗浄で行うことを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法。

【請求項 4】

前記熱可塑性エラストマーの除去をプラズマ処理で行うことを特徴とする請求項 1 に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法。

20

【請求項 5】

前記第 1 の基板収納容器が F O S B であり、前記第 2 の基板収納容器が F O U P であることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法に関し、特に、表面光電圧法によって抵抗率を測定するシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法に関する

30

【背景技術】

【0002】

表面光起電力 (Surface Photovoltage: SPV) 法を用いてシリコン単結晶ウェーハの抵抗率を測定する装置として、QC Solutions 社製の Surface Charge Profiler (以下、SCP と略す) が知られている。SCP を用いた SPV 法による抵抗率測定は、抵抗率を繰返し測定する際に抵抗率が経時変化し、測定当初の抵抗率が維持されないという問題があった。

【0003】

上記の問題に対して、特許文献 1 では、シリコン基板上に成長させた p 型シリコンエピタキシャル層のキャリア濃度を表面光電圧法によって測定する方法において、予めキャリア濃度の経時変化量を求めておき、測定値と経時変化量から真のキャリア濃度を求めることが提案されている。

40

【0004】

一方、特許文献 2 には、半導体ウェーハを搬送・保管するために使用されるカセットやボックスの材料から発生する有機物が半導体ウェーハ表面に不均一に付着するため、コロナ放電により例えば + イオンを均一に p 型半導体の表面に付着させたとしても、元々半導体ウェーハの表面に不均一に付着している有機物等の極性の影響を受けて相殺または重畳されてしまい、半導体ウェーハの表面に形成される正味の電荷量が不均一になってしまうことが記載されている。

【0005】

50

その対策として特許文献2では、(1)半導体ウェーハを100~600 に加熱して有機物を熱的に分解する、(2)紫外線照射により分解除去する、(3)オゾン水溶液の強い酸化力を用いて有機物を分解除去する、等が提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開平10-270517号公報

【特許文献2】特開2003-332190号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0007】

特許文献1にはSPV法が開示され、測定値の経時変化が空乏層幅の変化、詳しくはウェーハ表面の電荷の状態の変化によるものと予想されると記載されているが、空乏層幅の変化が起きる原因については記載がなく、経時変化の発生を予防する方法の提案も無い。

【0008】

一方、特許文献2では、有機物付着対策として上記(1)~(3)の解決策が提案されている。しかしながら、上記(1)~(3)の解決策を用いてもなお、SPV法による抵抗率測定は、半導体ウェーハを搬送・保管するために使用される基板収納容器から発生する有機物の影響を受けてしまうという問題があった。これは、有機物を分解除去した後に、必ずしも直ちに抵抗率測定を行うわけではなく、抵抗率測定を開始するまで、再度基板収納容器に収容する必要があるためである。

20

【0009】

本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであって、表面光起電力法を用いた場合でも、抵抗率の経時変化を抑制することができるシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定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】

【0010】

上記目的を達成するために、本発明は、シリコンエピタキシャルウェーハを、熱可塑性エラストマーを含む材料からなる第1の基板収納容器内に収納する第1収納工程と、前記シリコンエピタキシャルウェーハの表面に付着した熱可塑性エラストマーを除去する清浄化工程と、清浄化した前記シリコンエピタキシャルウェーハを、熱可塑性エラストマーを含まない材料からなる第2の基板収納容器内に収納する第2収納工程と、前記清浄化したシリコンエピタキシャルウェーハの表面にコロナ放電により静電気を帯電させ、表面光電圧法によって抵抗率を測定する抵抗率測定工程とを有することを特徴とするシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法を提供する。

30

【0011】

このように、抵抗率の経時変化の原因である熱可塑性エラストマーを清浄化工程で除去した上、抵抗率測定までの間、熱可塑性エラストマーを殆ど発散しない第2の基板収納容器内に収納することで、表面光起電力法の抵抗率測定の際に、シリコンエピタキシャルウェーハの表面に熱可塑性エラストマーが殆ど付着していないので、経時変化が抑制された抵抗率測定を行うことが可能になる。

40

【0012】

このとき、前記熱可塑性エラストマーの除去を硫酸/過酸化水素洗浄で行うことができる。

【0013】

このように、熱可塑性エラストマーの除去方法として、硫酸/過酸化水素洗浄を好適に用いることができる。

【0014】

また、前記熱可塑性エラストマーの除去をオゾン添加超純水洗浄で行うこともできる。

50

【0015】

このように、熱可塑性エラストマーの除去方法として、オゾン添加超純水洗浄も好適に用いることができる。

【0016】

また、前記熱可塑性エラストマーの除去をプラズマ処理で行うこともできる。

【0017】

このように、熱可塑性エラストマーの除去方法として、プラズマ処理も好適に用いることができる。

【0018】

このとき、前記第1の基板収納容器がFOSBであり、前記第2の基板収納容器がFOUPであることが好ましい。

10

【0019】

熱可塑性エラストマーを含む材料からなる基板収納容器として、FOSBを好適に用いることができ、熱可塑性エラストマーを含まない材料からなる基板収納容器として、FOUPを好適に用いることができる。

【発明の効果】

【0020】

以上のように、本発明のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法によれば、抵抗率の経時変化の原因である熱可塑性エラストマーを清浄化工程で除去した上、抵抗率測定までの間、熱可塑性エラストマーを殆ど発散しない第2の基板収納容器内に収納することで、表面光起電力法の抵抗率測定の際に、シリコンエピタキシャルウェーハの表面に熱可塑性エラストマーが殆ど付着していないので、表面光起電力法を用いた場合でも、抵抗率の経時変化を抑制することができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0021】

【図1】本発明のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法の一例を示す概略工程図である。

【図2】FOSB内に収納されたシリコンエピタキシャルウェーハの表面に熱可塑性エラストマーが付着する様子を示す概念図である。

【図3】熱可塑性エラストマーが付着した状態で静電気を帯電させたときに形成される空乏層の様子を示す概念図である。

30

【図4】シリコンエピタキシャルウェーハを気相成長装置から取り出してから測定を開始するまでの経過時間と、測定された抵抗率との関係を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0022】

前述のように、特許文献2では、経時変化の原因となる有機物付着対策として上記(1)~(3)の解決策が提案されているが、上記(1)~(3)の解決策を用いてもなお、SPV法による抵抗率測定法は、半導体ウェーハを搬送・保管するために使用される基板収納容器から発生する有機物の影響を受けてしまうという問題があった。

【0023】

そこで、本発明者は、表面光起電力法を用いた場合でも、抵抗率の経時変化を抑制することができるシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法について鋭意検討した。その結果、抵抗率の経時変化の原因である熱可塑性エラストマーを清浄化工程で除去した上、抵抗率測定までの間、熱可塑性エラストマーを殆ど発散しない第2の基板収納容器内に収納することで、表面光起電力法の抵抗率測定の際に、シリコンエピタキシャルウェーハの表面に熱可塑性エラストマーが殆ど付着していないので、経時変化が抑制された抵抗率測定を行うことが可能になることを見出し、本発明をなすに至った。

40

ここで、経時変化とは、シリコンエピタキシャルウェーハが基板収納容器内に収納されている間の経時変化も含むものとする。

【0024】

50

以下、本発明について、実施態様の一例として、図を参照しながら詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0025】

本発明のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法の一例を、図1を用いて説明する。

【0026】

まず、シリコンエピタキシャル層を例えば直径300mmのシリコン単結晶基板上に気相成長して得られるシリコンエピタキシャルウェーハを準備する(図1(a))。

【0027】

次に、シリコンエピタキシャルウェーハは、保管または搬送のために、熱可塑性エラストマーを含む材料からなる第1の基板収納容器内に収納される(図1(b):第1収納工程)。第1の基板収納容器として、例えば、FOSB(Front Opening Shipping Box)を用いることができる。

【0028】

図2に示される基板収納容器FOSB10は、有底角筒型の外箱1と、複数枚の半導体ウェーハを整列収納し外箱1内に收容される角筒型の内箱2と、パッキン3を介して外箱の開口上面を開閉する蓋体4と、蓋体4の内面に装着されてシリコンエピタキシャルウェーハ20のガタツキを抑制防止する押さえ体5とを備えている。

【0029】

外箱1、内箱2、蓋体4の組成物としては、機械的強度、成形性、透明性、耐熱性、寸法安定性に優れる樹脂が好ましく、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリカーボネートなどのポリエステル類等が使用される。

【0030】

一方、パッキン3と押さえ体5は弾性を有する熱可塑性エラストマーが使用され、例えば、ハード成分がポリエステル、ソフト成分がポリエーテルで構成される。FOSB10を構成する樹脂はいずれも絶縁性であり、静電気を帯び易い。また、熱可塑性エラストマー6はその成分が揮発し易く、FOSB10内に収納されたシリコンエピタキシャルウェーハ20の表面に付着する(図2参照)。その結果、シリコンエピタキシャルウェーハ20の表面に熱可塑性エラストマー6の付着した領域は、静電気を帯びるようになる。

【0031】

例えば図3に示すように、シリコン基板21上にp型のシリコンエピタキシャル層22が形成されたシリコンエピタキシャルウェーハ20の表面に熱可塑性エラストマー6が付着した状態でコロナ放電によりプラスの静電気を帯電させると、熱可塑性エラストマー6が厚く付着した領域の静電気量は他の領域の静電気量より高くなり、その下に厚めの空乏層7が形成される。その結果、SPV法により測定されるシリコンエピタキシャル層の抵抗率は実際の抵抗率よりも高めの値となる。

【0032】

そこで、SPV法により測定する前に、シリコンエピタキシャルウェーハ20の表面に付着した熱可塑性エラストマー6を除去する(図1(c):清浄化工程)。

この場合、熱可塑性エラストマーの除去を、例えば、硫酸/過酸化水素(SPM)洗浄で行うことができる。このように、熱可塑性エラストマーの除去方法として、硫酸/過酸化水素洗浄を好適に用いることができる。

また、熱可塑性エラストマーの除去を、例えば、オゾン添加超純水洗浄で行うこともできる。このように、熱可塑性エラストマーの除去方法として、オゾン添加超純水洗浄も好適に用いることができる。

また、熱可塑性エラストマーの除去を、例えば、プラズマ処理で行うこともできる。このように、熱可塑性エラストマーの除去方法として、プラズマ処理も好適に用いることができる。

【0033】

熱可塑性エラストマーの除去において硫酸/過酸化水素(SPM)洗浄を行う場合には

10

20

30

40

50

、例えば、濃硫酸に過酸化水素を例えば $H_2SO_4 : H_2O_2 = 4 : 1$ の割合で添加した溶液中にシリコンエピタキシャルウェーハ20を浸漬することにより、その表面に付着した熱可塑性エラストマー6を酸化分解することができる。SPM洗浄後、パーティクル対策として、アンモニア/過酸化水素(SC-1)洗浄等を組み合わせてもよい。

【0034】

熱可塑性エラストマーの除去においてオゾン添加超純水洗浄を行う場合には、例えば、電気分解でオゾン濃度を例えば2~30ppmに調整した超純水を、ノズルから自転するシリコンエピタキシャルウェーハ20上に供給することで、ウェーハ表面に付着した熱可塑性エラストマー6を酸化分解することができる。その後、オゾン添加を止めて超純水でリンスし、オゾン添加超純水と酸化分解物を洗い流す。

10

【0035】

熱可塑性エラストマーの除去においてプラズマ処理を行う場合には、例えば、加熱したシリコンエピタキシャルウェーハ20上に励起状態の酸素(すなわち、酸素ラジカル)を照射し、励起状態の酸素をウェーハ表面に付着した熱可塑性エラストマー6と結合させて酸化し、熱可塑性エラストマー6を蒸気圧の高い H_2O 、 O_2 、 H_2 、 CO 、 CO_2 等に分解する。

【0036】

次に、清浄化工程後からSPV法による抵抗率測定までの間、シリコンエピタキシャルウェーハ20を、熱可塑性エラストマーを含まない材料からなる第2の基板収納容器内に収納する(第1図(d):第2収納工程)。

20

第2の基板収納容器として、例えば、FOUP(Front Opening Unified Pod)を用いることができる。

【0037】

基板収納容器FOUPは、開口した正面から挿入された複数枚の半導体ウェーハを整列収納する容器本体と、この容器本体の開口した正面に嵌入されてシール状態に閉鎖する着脱自在の蓋体と、この蓋体に内蔵され、容器本体の開口した正面に嵌入された蓋体を施錠する施錠機構とから構成されている。

【0038】

基板収納容器FOUPの容器本体は、炭素繊維あるいはカーボンブラック等の導電性物質が配合されたポリカーボネート樹脂が広く用いられており、導電性を有するため、静電気を帯びない。シリコンエピタキシャルウェーハ20は基板収納容器FOUPの容器本体に接しているが、ポリカーボネート樹脂から熱可塑性エラストマー6が揮発することは実質的になく、ポリカーボネート樹脂がシリコンエピタキシャルウェーハ20に付着することも無い。その結果、シリコンエピタキシャルウェーハ20の表面には、熱可塑性エラストマー6等の有機物が付着しない。

30

【0039】

次に、熱可塑性エラストマー6の付着していないシリコンエピタキシャルウェーハ20の表面をSPV法で抵抗率測定する(図1(e):抵抗率測定工程)。抵抗率測定の際、シリコンエピタキシャルウェーハ20は、第2の基板収納容器(例えば、FOUP)内から測定機に移載される。通常、SPV法による抵抗率測定の前処理として、シリコンエピタキシャルウェーハ20の主表面に紫外線を照射してオゾンが発生させ、ウェーハの主表面に自然酸化膜を形成させるが、本発明の清浄化工程で酸化膜が既に形成されているため、紫外線照射を行う前処理を省略することができる。

40

【0040】

SPV法による抵抗率測定において、まず、シリコンエピタキシャルウェーハ20の主表面にコロナ放電により静電気を帯電させる。エピタキシャル層22がp型の場合、プラス(+)のコロナイオンをシリコンエピタキシャルウェーハ20の主表面に形成されている酸化膜の表面に付着させる。その結果、p型エピタキシャル層の主表面に空乏層が形成され、エピタキシャル層22の抵抗率に応じて空乏層が広がる。すなわち、付着したプラスのコロナイオンの電荷が一定の場合、エピタキシャル層の抵抗率が高いほど空乏層の幅

50

は大きくなる。

【0041】

続いて、波長450nmのパルス光照射(40kHz)を行い、照射によって起こるウェーハ表面電位変化(AC-SPV信号)を検出することにより、空乏層幅を測定する。

強反転状態の空乏層幅は不純物濃度の平方根に反比例するので、空乏層幅は不純物濃度に変換され、さらにASTM STANDARDS F723等の換算式により抵抗率に換算される。

【0042】

上記のようにして、表面光起電力法を用いた場合でも、抵抗率の経時変化が抑制された抵抗率測定を行うことができる。

10

【実施例】

【0043】

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、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0044】

(比較例)

直径300mm、エピタキシャル層の抵抗率が約10 cmのp型シリコンエピタキシャルウェーハを、エピタキシャル成長を行った気相成長装置から取り出し、直ちに基板収納容器FOSBに収納した。そして、基板収納容器FOSB内にそれぞれ5min(0.083hr)、6hr、30hrの間収納した後、シリコンエピタキシャルウェーハを取り出してSPV法による抵抗率測定を行った。

20

【0045】

このとき、基板収納容器FOSBへの収納期間が、5min、6hr、30hrの全ての条件において、シリコンエピタキシャルウェーハに前処理として紫外線を照射してオゾンが発生させ、その主表面に薄い自然酸化膜を形成させた。

【0046】

SPV法による抵抗率測定は、シリコンエピタキシャルウェーハの主表面にコロナチャージを実施し、波長450nmのパルス光照射(40kHz)を行い、照射によって起こるウェーハ表面電位変化(AC-SPV信号)を検出することにより、抵抗率を測定した。シリコンエピタキシャルウェーハ中心部における、5min収納後、6hr収納後、30hr収納後に測定した抵抗率はそれぞれ、9.39 cm、9.48 cm、9.50 cmであった。

30

【0047】

シリコンエピタキシャルウェーハを気相成長装置から取り出してから測定を開始するまでの経過時間と抵抗率との関係を図4に示す。図4に示すように、SPV法による抵抗率測定で得られた抵抗率は時間の経過とともに上昇した。

【0048】

(実施例1)

比較例と同時に作製した直径300mm、エピタキシャル層の抵抗率が約10 cmのp型シリコンエピタキシャルウェーハを、エピタキシャル成長を行った気相成長装置から取り出し、直ちに基板収納容器FOSBに収納した。そして、基板収納容器FOSB内に30hrの間収納した後、シリコンエピタキシャルウェーハを取り出して、硫酸/過酸化水素(SPM)洗浄を施して熱可塑性エラストマーを酸化分解し、さらにアンモニア/過酸化水素(SC-1)洗浄とリンスの後、スピン乾燥させて基板収納容器FOUPに20時間収納した。

40

【0049】

シリコンエピタキシャルウェーハを基板収納容器FOUP内からSPV測定機に移載し、比較例と同様にして抵抗率を測定した。ただし、前処理のオゾンによる自然酸化膜形成は行わなかった。SPV法によるシリコンエピタキシャルウェーハ中心部の抵抗率測定結果は9.40 cmであり、比較例における5min収納後の抵抗率(9.39 cm)

50

とほぼ同じであった。

【0050】

(実施例2)

実施例1と同様にして、SPV法による抵抗率測定を行った。ただし、熱可塑性エラストマーの除去は、シリコンエピタキシャルウェーハにオゾン添加超純水洗浄(オゾン濃度10ppm)を施して熱可塑性エラストマーを酸化分解し、さらに超純水でのリンス後、スピン乾燥させることで行った。

SPV法によるシリコンエピタキシャルウェーハ中心部の抵抗率測定結果は9.35cmであり、比較例における5min収納後の抵抗率(9.39cm)とほぼ同じであった。

10

【0051】

(実施例3)

実施例1と同様にして、SPV法による抵抗率測定を行った。ただし、熱可塑性エラストマーの除去は、シリコンエピタキシャルウェーハにプラズマ処理を施して熱可塑性エラストマーを酸化分解することで行った。

SPV法によるシリコンエピタキシャルウェーハ中心部の抵抗率測定結果は9.44cmであり、比較例における5min収納後の抵抗率(9.39cm)とほぼ同じであった。

【0052】

実施例1-3の抵抗率測定結果からわかるように、本発明のシリコンエピタキシャルウェーハの抵抗率測定方法によれば、表面光起電力法を用いた場合でも、抵抗率の経時変化を抑制することができる。

20

【0053】

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。

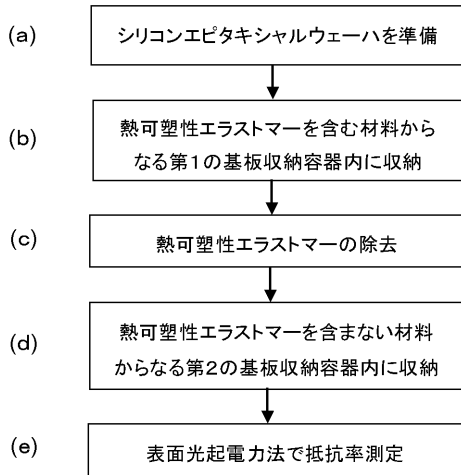
【符号の説明】

【0054】

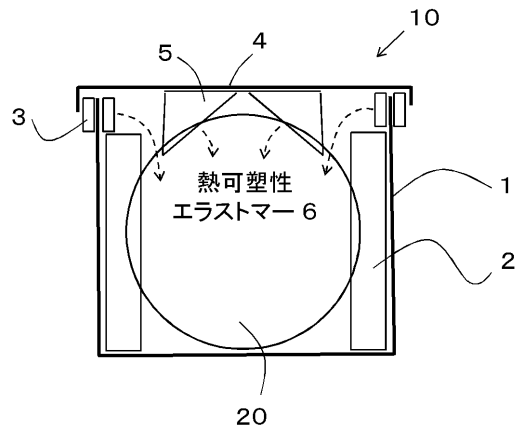
- 1...外箱、 2...内箱、 3...パッキン、 4...蓋体、 5...押さえ体、
 6...熱可塑性エラストマー、 7...空乏層、 10...FOSB、
 20...シリコンエピタキシャルウェーハ、 21...シリコン基板、
 22...シリコンエピタキシャル層。

30

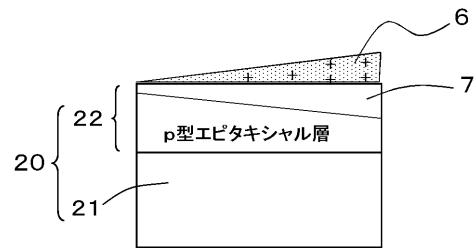
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】

