

(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6月27日(27.06.2019)



(10) 国際公開番号

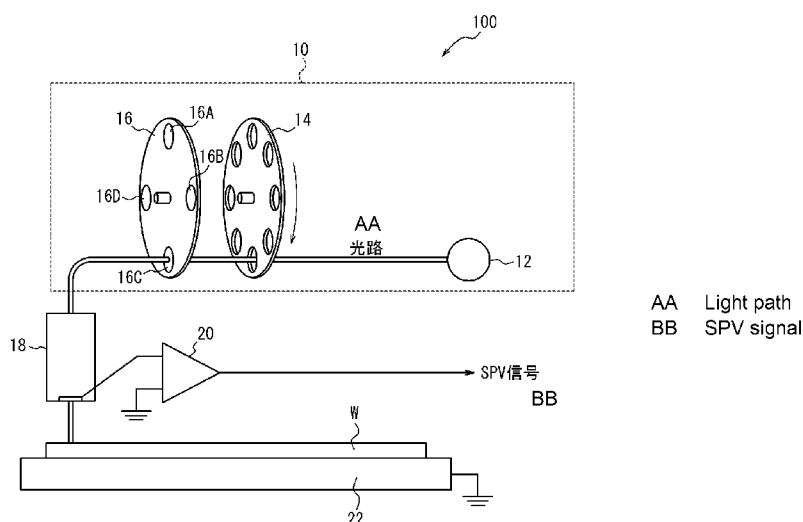
WO 2019/123767 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/66 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/036946
- (22) 国際出願日: 2018年10月2日(02.10.2018)
- (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 2017-246979 2017年12月22日(22.12.2017) JP
特願 2017-246955 2017年12月22日(22.12.2017) JP
- (71) 出願人: 株式会社 S U M C O (SUMCO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 福島 伸 弥 (FUKUSHIMA Shinya); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP). 常森 丈弘(TSUNEMORI Takehiro); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 杉 村 憲 司 (SUGIMURA Kenji); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号 霞が関コモンゲート西館3 6階 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, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,

(54) Title: METHOD FOR MEASURING FE CONCENTRATION IN P TYPE SILICON WAFER AND SPV MEASUREMENT DEVICE

(54) 発明の名称: p型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法及びSPV測定装置

[図2]



(57) Abstract: The present invention provides a method for measuring Fe concentration in a p type silicon wafer by SPV, which is capable of improving measurement precision for Fe concentrations of $1 \times 10^9/\text{cm}^3$ or less. The present invention is a method for measuring Fe concentration in a p type silicon wafer characterized in that when finding the Fe concentration in a p type silicon wafer on the basis of measurements using SPV performed on the p type silicon wafer, measurements are performed in an atmosphere with the total concentration for Na^+ , NH_4^+ and K^+

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：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

being $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ and the total concentration for F^- , Cl^- , NO_2^- , PO_4^{3-} , Br^- , NO_3^- , and SO_4^{2-} being $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

(57) 要約：本発明は、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のF e濃度の測定精度を向上させることが可能なSPV法によるp型シリコンウェーハ中のF e濃度測定方法を提供する。本発明は、p型シリコンウェーハに対して行うSPV法による測定に基づいて、該p型シリコンウェーハ中のF e濃度を求めるにあたり、前記測定は、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気下にて行うことを特徴とする、p型シリコンウェーハ中のF e濃度測定方法である。

明 細 書

発明の名称：

p型シリコンウェーハ中のF e濃度測定方法及びS P V測定装置

技術分野

[0001] 本発明は、S P V法（Surface Photo-Voltage：表面光起電力法）によるp型シリコンウェーハ中のF e濃度測定方法及びS P V測定装置に関する。

背景技術

[0002] p型シリコンウェーハがF eで汚染されていると、該ウェーハから作製したデバイスの特性に悪影響を及ぼす。そのため、p型シリコンウェーハ中のF e濃度を簡易的に評価する手法が開発されてきた。その手法の一つとして、S P V法により少数キャリアの拡散長を電氣的に測定し、その測定結果からp型シリコンウェーハ中のF e濃度を求める方法が知られている。

[0003] S P V法では、特定の波長の光をp型シリコンウェーハに照射し、その時のウェーハの表面起電力（S P V信号）を測定し、ウェーハ中の少数キャリアの拡散長を求める。これを以下、単に「S P V測定」とも称する。S P V法は、他の方法に比べて測定時間が短い上に、非接触かつ非破壊での測定が可能な優れた方法である。

[0004] S P V測定には、測定モードとして、Standard ModeとUltimate Modeの二種類があることが知られている。S P V法では、互いに異なる複数種類の波長の光を用いて上記S P V測定を行う必要がある。Standard modeは、ある波長を用いたS P V測定を行い、その後順次、別の波長を用いたS P V測定を行う、一般的な方法である。Ultimate modeは、互いに異なる複数種類の波長の光を同期間に照射し、一度にS P V測定を行う、特殊な方法である。

[0005] 特許文献1には、S P V測定をUltimate modeで行い、さらに、Time Between Readings、Time Constant及びNumber of Readingsという3つの測定パラメータを所定の数値範囲とすることによって、F e濃度の検出下限を低くし、かつ、短時間で測定を行うことを可能とする技術が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：国際公開第2017/061072号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] このようなSPV測定を行う際のSPV測定装置の設置環境は、従来、温度： $24 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度：30～50%、及び清浄度：クラス7（JIS規格）とすることが推奨されており、これは一般的なSPV測定装置のメーカー仕様書に記載されている。従来、SPV測定は、この推奨環境下で行うことが一般的であった。ここで本発明者らは、以下のような問題があることを認識するに至った。

[0008] すなわち、上記推奨環境下でSPV測定を行う限り、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ オーダーや $1 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ オーダーのFe濃度の定量においては十分な測定精度が得られていた。しかしながら、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度の定量においては、上記推奨環境下でSPV測定を行ったとしても、同一ウェーハを複数回SPV測定した際の測定値がばらついてしまう、すなわち十分な測定精度が得られないことが判明した。従来の推奨環境は、温度、湿度及びエアーパーティクル（清浄度）のみを考慮したものであり、これら以外の条件について何ら規定するものではない。また、特許文献1においても、SPV測定装置の設置環境については何ら考慮されていない。

[0009] そこで本発明は、上記課題に鑑み、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることが可能なSPV法によるp型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法及びSPV測定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

[0010] 上記課題を解決すべく、本発明者は、温度、湿度及びエアーパーティクル（清浄度）以外の観点から、SPV測定を行う際のSPV測定装置の設置環境を最適化することで、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下といった低濃度領域でのFe濃

度の測定精度を向上させることができないか鋭意検討した。その結果、第1に、SPV測定装置の設置環境のイオン濃度がFe濃度の測定精度に影響を及ぼすこと、当該イオン濃度を所定値以下とすることによって、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることができることを見出した。また、第2に、SPV測定装置の設置環境の有機物濃度がFe濃度の測定精度に影響を及ぼすこと、当該有機物濃度を所定値以下とすることによって、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることができることを見出した。

[0011] 上記知見に基づき完成した本願第1の発明群の要旨構成は以下のとおりである。

(1) p型シリコンウェーハに対して行うSPV法による測定に基づいて、該p型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるにあたり、

前記測定は、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g} / \text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g} / \text{m}^3$ 以下である雰囲気下にて行うことを特徴とする、p型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法。

[0012] (2) SPV法による測定に基づいてp型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるSPV測定装置であって、

SPV測定の際にp型シリコンウェーハを載置する測定ステージと、

前記p型シリコンウェーハに光を照射する光モジュールと、

先端に設けられた静電容量センサーと前記p型シリコンウェーハの表面との間に生じる静電容量を測定するプローブと、

前記プローブで測定された静電容量に対応するSPV信号を増幅し、検出するロックインアンプと、

測定誤差を低減するための校正用キャリブレーションチップと、

前記p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させる処理をする際に前記p型シリコンウェーハを載置する乖離ステージと、

前記p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させるためのフラッシュ

ュランプと、

前記 p 型シリコンウェーハを前記測定ステージ及び前記乖離ステージに対して搬送及び搬出するロボットアームと、

前記ロボットアームを制御するロボットコントローラと、
を有し、

前記測定ステージ、前記プローブ及び前記校正用キャリブレーションチップを収容する第 1 の筐体と、

前記光モジュール及び前記ロックインアンプを収容する第 2 の筐体と、

前記乖離ステージ及び前記フラッシュランプを収容する第 3 の筐体と、

前記ロボットアーム及び前記ロボットコントローラを収容する第 4 の筐体と、

をさらに有し、

前記第 1 の筐体及び前記第 3 の筐体に対して気流の風上側にそれぞれ第 1 のケミカルフィルタ及び第 2 のケミカルフィルタを設置して、前記第 1 の筐体及び前記第 3 の筐体の内部を、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気としたことを特徴とする SPV 測定装置。

[0013] (3) 前記第 4 の筐体に対して気流の風上側に第 3 のケミカルフィルタを設置して、前記第 4 の筐体の内部を、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気とした、上記 (2) に記載の SPV 測定装置。

[0014] (4) 前記第 1 のケミカルフィルタ及び前記第 2 のケミカルフィルタは、それぞれ前記第 1 の筐体及び前記第 3 の筐体の上方に設置される、上記 (2) に記載の SPV 測定装置。

[0015] (5) 前記第 3 のケミカルフィルタは前記第 4 の筐体の上方に設置される、上記 (3) に記載の SPV 測定装置。

[0016] 上記知見に基づき完成した本願第2の発明群の要旨構成は以下のとおりである。

(6) p型シリコンウェーハに対して行うSPV法による測定に基づいて、該p型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるにあたり、

前記測定は、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気下にて行うことを特徴とする、p型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法。

[0017] (7) SPV法による測定に基づいてp型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるSPV測定装置であって、

SPV測定の際にp型シリコンウェーハを載置する測定ステージと、

前記p型シリコンウェーハに光を照射する光モジュールと、

先端に設けられた静電容量センサーと前記p型シリコンウェーハの表面との間に生じる静電容量を測定するプローブと、

前記プローブで測定された静電容量に対応するSPV信号を増幅し、検出するロックインアンプと、

測定誤差を低減するための校正用キャリブレーションチップと、

前記p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させる処理をする際に前記p型シリコンウェーハを載置する乖離ステージと、

前記p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させるためのフラッシュランプと、

前記p型シリコンウェーハを前記測定ステージ及び前記乖離ステージに対して搬送及び搬出するロボットアームと、

前記ロボットアームを制御するロボットコントローラと、
を有し、

前記測定ステージ、前記プローブ及び前記校正用キャリブレーションチップを収容する第1の筐体と、

前記光モジュール及び前記ロックインアンプを収容する第2の筐体と、

前記乖離ステージ及び前記フラッシュランプを収容する第3の筐体と、

前記ロボットアーム及び前記ロボットコントローラを収容する第4の筐体と、

をさらに有し、

前記第1の筐体及び前記第3の筐体に対して気流の風上側にそれぞれ第1のケミカルフィルタ及び第2のケミカルフィルタを設置して、前記第1の筐体及び前記第3の筐体の内部を、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気としたことを特徴とするSPV測定装置。

[0018] (8) 前記第4の筐体に対して気流の風上側に第3のケミカルフィルタを設置して、前記第4の筐体の内部を、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気とした、上記(7)に記載のSPV測定装置。

[0019] (9) 前記第1のケミカルフィルタ及び前記第2のケミカルフィルタは、それぞれ前記第1の筐体及び前記第3の筐体の上方に設置される、上記(7)に記載のSPV測定装置。

[0020] (10) 前記第3のケミカルフィルタは前記第4の筐体の上方に設置される、上記(8)に記載のSPV測定装置。

発明の効果

[0021] 本発明のSPV法によるp型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法及びSPV測定装置によれば、 $1 \times 10^9/\text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることができる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]本発明の一実施形態によるSPV測定装置100の構成を示す模式図である。

[図2]SPV測定装置100について、p型シリコンウェーハ中のFe濃度を測定するSPV測定に関連する構成のみを抜き出して示した模式図である。

[図3]実験例1において、校正用キャリブレーションチップを用いて取得したSignal値の変化率を示すグラフである。

[図4]実験例2の発明例、比較例1及び比較例2において、平均Fe濃度とCV値との関係を示すグラフである。

[図5]実験例2の発明例、比較例1及び比較例2において、p型シリコンウェーハのセンター1点を毎日1回、10日間測定した際の、SPV信号値の変化率を示すグラフである。

[図6]実験例2の発明例及び比較例1において、p型シリコンウェーハのセンター1点を毎日1回、100日間測定した際の、SPV信号値の変化率を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0023] 本発明の一実施形態は、p型シリコンウェーハに対して行うSPV法による測定（SPV測定）に基づいて、該シリコンウェーハ中のFe濃度を求める方法に関する。

[0024] まず、p型シリコンウェーハの面内の特定箇所での、Fe濃度の求め方を説明する。p型シリコンウェーハ中に存在するFeは、通常の状態ではドーパント（例えばボロン）と静電力で結合して、Fe-Bペアを形成している。一方で、ウェーハに強い光を照射すると、FeがBと乖離した状態となる。SPV測定の結果得られる少数キャリアの拡散長は、SPV測定の際に照射される光によって発生した少数キャリアが消滅するまでに移動できる距離を意味する。この少数キャリアは、例えばウェーハ中のFeの形成するトラップ準位によってトラップされて消滅する。p型シリコンウェーハ中にFeが形成する準位は、通常存在するFe-B（鉄ボロンペア）や、光照射により形成されるFe_i（格子間鉄）がある。それぞれが作るトラップ準位は、少数キャリアの捕捉しやすさが違う。そのため、上記通常状態よりも上記乖離状態の方が、Feが少数キャリアをトラップしやすく、拡散長は小さくなる。この差を利用して、以下のように、ウェーハ中のFe濃度を求めることができる。

[0025] まず、通常状態でSPV測定を行い、少数キャリアの拡散長 L_{FeB} を求める。次に、乖離状態でSPV測定を行い、少数キャリアの拡散長 L_{Fei} を求める。F

e濃度 $[Fe]$ は、以下の式 (1) により算出できる。

$$[Fe] = C \times (1 / L_{Fei}^2 - 1 / L_{FeB}^2) \quad \dots (1)$$

ただし、Cは定数である。

[0026] そのため、ウェーハ面内の複数の箇所において、通常状態および乖離状態でSPV測定を行うことによって、ウェーハ中のFe濃度のマップを得ることができる。Fe-Bペアを乖離させるための処理は、定法であり特に限定されないが、例えば、フラッシュランプを照射することなどを挙げることができる。

[0027] 次に、図2を参照して、本発明の一実施形態によるSPV測定装置100について、SPV測定に関連する構成を説明する。SPV測定装置100は、光モジュール10と、プローブ18と、ロックインアンプ20と、測定ステージ22と、を有する。光モジュール10は、光源12と、チョッパー14と、フィルターホイール16と、を有する。

[0028] 光源12は、例えば白色LEDであり、そこから発せられる光が、測定ステージ22上に載置されたp型シリコンウェーハWの表面上に照射されるように光路が設定される。チョッパー14は、複数の孔を円周状に有する円盤部材であり、これが回転することによって、光源12から発せされる光に周波数を与える。すなわち、光が間欠的にp型シリコンウェーハWの表面に照射されることになる。ここで与えられる光の周波数は、「チョッピング周波数 (Chopping Frequency: CF)」と定義され、測定パラメータの一つである。CFは、通常500~3000Hz程度に設定される。

[0029] フィルターホイール16は、各々の孔16A~16Dに、互いに異なる波長の光のみを通過させるフィルターが設置されており、これにより、特定の波長の光をp型シリコンウェーハWの表面に照射できる。

[0030] ここで、図2には、光モジュール10がアナログ式である場合を示したが、デジタル式でもよい。デジタル式の場合、互いに異なる発光波長を有する複数の単色LEDをモジュール化し、各LEDを点滅させることによって、特定波長の光を特定周波数で、p型シリコンウェーハWの表面に照射できる

。

[0031] 照射光の波長は、780～1004 nmの間の複数種類の波長であれば特に限定されないが、2種類の波長の光でSPV測定を行う場合には、780 nmと1004 nmの組み合わせにすることが例示でき、4種類の波長の光でSPV測定を行う場合には、780 nm、914 nm、975 nm、1004 nmの組み合わせにすることが例示できる。

[0032] 照射光の強度（光量）は、Injection Levelとして設定され、測定パラメータのうちの一つである。一般的に、Level 2の光量は 2×10^{12} (atoms/cc)であり、Level 3の光量は 3×10^{12} (atoms/cc)であり、このどちらかが用いられる。

[0033] プローブ18は、先端に静電容量センサーを有しており、p型シリコンウェーハW表面とプローブ18との間に生じる静電容量を常に測定する。SPV測定に先立ち、p型シリコンウェーハW表面にはHF処理が施され、表面が正に帯電している。光源12からの光がウェーハWに照射されると、ウェーハ内で少数キャリア（p型なので電子）が発生し、正に帯電している表面へ向かって移動する。電子は表面まで到達すると、表面の正電荷と打ち消し合うため、表面の電位が下がり、その結果、静電容量も下がる。このときの静電容量の差がSPV信号として検出される。p型シリコンウェーハ中のFeにトラップされる電子が多いほど、表面電位は下がらない。

[0034] ロックインアンプ20は、プローブ18で測定された静電容量に対応するSPV信号を増幅し、検出する。このようにして、SPV信号を得ることができる。測定ステージ22を動かすことによって、p型シリコンウェーハW面内の複数の箇所においてSPV測定を行うことができる。

[0035] SPV装置としては、公知のSPV装置、例えば、Semilab-SDi LLC製のFAaST330、StrategicDiagnostics社製のSPV-Station-1020を挙げることができる。

[0036] 次に、SPV測定の方法と拡散長の求め方を説明する。まず、第1の波長（例えば780 nm）の光を用いてSPV測定を行い、当該光に対応するS

P V信号を得る。ここで、照射光の波長に依存する「侵入長」をX軸にとり、「光量／S P V信号」をY軸にとり、測定結果をプロットする。続いて、第1の波長とは異なる第2の波長（例えば1004 nm）の光を用いてS P V測定を行い、当該光に対応するS P V信号を得る。そして、同様に測定結果をプロットする。こうして得た2つのプロットを直線で結んだ際のX切片を「拡散長」とすることができる。なお、3種類以上の波長でS P V測定を行う場合には、3つ以上のプロットが得られるため、最小二乗法等の近似処理により、X切片を求める。

[0037] ここで、測定モードは、Standard ModeとUltimate Modeの二種類がある。Standard modeでは、ある波長を用いたS P V測定を行い、その後順次、別の波長を用いたS P V測定を行うため、上記のプロットが順次得られることになる。これに対し、Ultimate modeでは、互いに異なる複数種類の波長の光を同期間に照射し、一度にS P V測定を行うため、上記のプロットが一度の測定で得られることになる。この場合、波長ごとに光のチョッピング周波数を異ならせることによって、ロックインアンプ20において、周波数が異なるS P V信号が得られるため、各波長に対応したS P V信号を分離して得ることができる。本実施形態において測定モードは特に限定されない。

[0038] （第1の発明群）

ここで本実施形態では、S P V測定を、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気下にて行うことが肝要である。すなわち、本実施形態では、S P V測定雰囲気のイオン濃度を少なくすることにより、 $1 \times 10^9/\text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることができる。

[0039] このような効果が得られるメカニズムとしては、以下が考えられる。まず、アニオンに関して、既述のとおり、p型シリコンウェーハのS P V測定では、HF洗浄などの前処理にて表面を正にパッシベーションする必要がある。ここで、表面のパッシベーション（微弱なチャージ）に酸系ガス（アニオ

ン)が付着すると、拡散長の測定値にバラツキを生じる。そして、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のF e濃度の測定の場合、乖離前後の拡散長の差が小さくなる ($L_{\text{FeB}} \div L_{\text{Fei}}$) ため、拡散長の測定バラツキの影響が大きくなるのである。よって、アニオンを除去することで、拡散長の測定が安定し、F e - B準位密度の定量性を改善できるものと考えられる。

[0040] 次に、カチオンに関して、SPV測定装置には、装置を校正するためのキャリブレーションチップが内蔵、搭載されており、このチップはn型シリコンウェーハである。n型シリコンウェーハでは、p型とは逆で表面を負にパッシベーションする。測定雰囲気中にアルカリ系ガス(カチオン)が存在する場合、キャリブレーションチップの測定精度が悪くなり、拡散長測定の校正に影響を生じる。よって、カチオンを除去することで、拡散長の絶対値が保証され、F e - B準位密度の定量性を改善できると考えられる。

[0041] なお、シリコンウェーハ製造工程において、アルカリエッチング液として主に水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウム、酸エッチング液として、主にフッ硝酸が用いられている。アルカリエッチング液には臭素酸塩、酸エッチング液には燐酸や硫酸を添加することがある。また、ウェーハの洗浄液としては主にアンモニア水、塩酸、過酸化水素が用いられている。これら薬品の使用時に発生するガスを考えると、カチオンとしては Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の3つ、アニオンとして F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の7つを考慮すれば十分である。また、外気には潮風起因の Na^+ や Cl^- 等のイオンが含まれているが、既に挙げたイオンをモニターしておけば問題がない。

[0042] SPV測定雰囲気のイオン濃度を上記のとおりとする一態様としては、SPV測定装置の設置環境のイオン濃度を上記のとおりとすることが挙げられる。具体的には、SPV測定装置を設置するクリーンルームに、カチオンを除去するカチオンフィルタやアニオンを除去するアニオンフィルタなどのケミカルフィルタを設置して、クリーンルーム内の雰囲気のイオン濃度を上記のとおりとする。カチオンフィルタとしては、日本ピュアテックス社製「ピ

ュアライト」PF590F4H、ダン・タクマ社製PLEC-25-4 G1などを例示することができる。アニオンフィルタとしては、日本ピュアテックス社製「ピュアライト」P592E5H、ダン・タクマ社製PLEA-30-4 GOなどを例示することができる。クリーンルームに対するケミカルフィルタの設置場所は、クリーンルーム内の雰囲気イオン濃度を好適に低減する観点から適宜決定すればよい。一般的にクリーンルーム内のエアは、循環エアと、圧力損失分を補うための外気取り込みエアとからなる。循環エアは、循環ファンによって形成される気流の途中（好適にはクリーンルームの天井）に設置されるHEPAフィルタを通過することで清浄化されて、クリーンルーム内に導入される。外気取り込み口から導入されたエアも循環ファンへと導かれるように設計されている。そのため、ケミカルフィルタは、外気取り込み口に設置し、さらに循環ファンとHEPAフィルタとの間に設置されることが好ましい。

[0043] SPV測定雰囲気イオン濃度を上記のとおりとする他の態様としては、測定に用いるSPV測定装置100の特定空間の雰囲気を、上記イオン濃度とすることが挙げられる。以下、図1を参照して当該態様について説明する。

[0044] SPV測定装置100は、複数の筐体によって複数の空間に区分されている。第1の筐体38には、図2を参照して既に記載した測定ステージ22及びプローブ18と、測定誤差を低減するための校正用キャリブレーションチップ24とが收容される。第2の筐体40には、図2を参照して既に記載した光モジュール10及びロックインアンプ20が收容される。第3の筐体42には、p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させる処理をする際にp型シリコンウェーハを載置する乖離ステージ26と、p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させるためのフラッシュランプ28とが收容される。第4の筐体44には、p型シリコンウェーハを測定ステージ22及び乖離ステージ26に対して搬送及び搬出するロボットアーム30と、このロボットアーム30を制御するロボットコントローラ32と、p型シリコンウ

エーハのノッチの位置を揃えるためのアライナー 34 と、が収容される。第 5 の筐体 46 には、装置全体を制御するための制御用コンピュータ 36 が収容される。

[0045] p 型シリコンウェーハ W は、以下のとおりに搬送され、SPV 測定に供される。まず、図示していないロードポートに収容された複数の p 型シリコンウェーハ W は、第 4 の筐体 44 内に設置されたロボットアーム 30 に一枚ずつ搭載され、アライナー 34 でノッチの位置を揃えられる。次に、ロボットアーム 30 で第 1 の筐体 38 内に搬送され、測定ステージ 22 上に載置される。次に、測定ステージ 22 上で、通常状態で SPV 測定される。次に、ロボットアーム 30 で第 1 の筐体 38 から搬出され、第 3 の筐体 42 内に搬送され、乖離ステージ 26 上に載置される。次に、乖離ステージ 26 上でフラッシュランプ 28 で照射されることにより乖離処理されて、乖離状態にされる。次に、ロボットアーム 30 で第 3 の筐体 42 から搬出され、第 1 の筐体 38 内に再度搬送され、測定ステージ 22 上に載置される。次に、測定ステージ 22 上で、乖離状態で SPV 測定される。最後に、ロボットアーム 30 で第 1 の筐体 38 から搬出され、SPV 測定装置 100 からアンロードされロードポートに戻る。

[0046] ここで、第 1 の筐体 38 及び第 3 の筐体 42 に対して気流の風上側にそれぞれ第 1 のケミカルフィルタ 48 及び第 2 のケミカルフィルタ 50 を設置して、第 1 の筐体 38 及び第 3 の筐体 42 の内部を、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気とすることが肝要である。SPV 測定において、測定を実際に行う第 1 の筐体 38 内の雰囲気と乖離処理を行う第 3 の筐体 42 内の雰囲気は、最低限コントロールする必要がある。このように、第 1 及び第 3 の筐体内の雰囲気を制御することによって、イオンが測定ステージ 22 や乖離ステージ 26 に堆積して、ウェーハの裏面に付着するようなことがないために、測定値に悪影響を及ぼさない。第 1 のケミカルフィルタ 48 及び第 2 のケミカルフィルタ 50 と

しては、既述のカチオンフィルタやアニオンフィルタを好適に用いることができる。

[0047] また、測定精度をさらに向上させる観点から、第4の筐体44に対して気流の風上側に第3のケミカルフィルタ52を設置して、第4の筐体44の内部も上記雰囲気とすることが好ましい。これにより、イオンが第4の筐体44内のロボットアーム30に堆積して、ウェーハの裏面に付着するようなことがないために、測定精度がさらに向上する。

[0048] なお、第1の筐体38、第3の筐体42及び第4の筐体44は、1つの測定空間（測定領域、乖離処理領域、及び搬送領域）を区画するように一体化されていてもよい。

[0049] また、気流に乱流が発生しにくいことから、第1、第2及び第3のケミカルフィルタ48、50、52は、それぞれ第1、第3及び第4の筐体38、42、44の上方に設置することが好ましい。

[0050] （第2の発明群）

ここで本実施形態では、SPV測定を、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気下にて行うことが肝要である。すなわち、本実施形態では、SPV測定雰囲気の有機物濃度を少なくすることにより、 $1 \times 10^9/\text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることができる。

[0051] このような効果が得られるメカニズムとしては、以下が考えられる。既述のとおり、p型シリコンウェーハのSPV測定では、HF洗浄などの前処理にて表面を正にパッシベーションする必要がある。ここで、表面のパッシベーション（微弱なチャージ）に有機物が付着すると、チャージが弱まり拡散長の測定値にバラツキを生じる。そして、 $1 \times 10^9/\text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定の場合、乖離前後の拡散長の差が小さくなる（ $L_{\text{FeB}} \div L_{\text{Fei}}$ ）ため、拡散長の測定バラツキの影響が大きくなるのである。よって、有機物を除去することで、拡散長の測定が安定し、Fe-B準位密度の定量性を改善できるものと考えられる。

[0052] シリコンウェーハ製造工程において、ウェーハ洗浄後にイソプロピルアルコール（IPA）等のアルコール系の溶剤が使用されることがある。また、特に埋め込み拡散層付きのエピタキシャルウェーハを製造する工程では、フォトレジストを使用するため、レジストの密着性を上げるためのヘキサメチルジシラザン（HMDS）や、現像液として水酸化テトラメチルアンモニウム（TMAH）等の有機系の液体が用いられる。さらに、外気には自工場も含めた工場からの排気が原因とした有機物が存在していることがあり、クリーンルームに外気を取り込む際に持ち込まれてしまう。そこで本実施形態では、これらの有機物を除去することにより、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させる。

[0053] SPV測定雰囲気の有機物濃度を上記のとおりとする一態様としては、SPV測定装置の設置環境の有機物濃度を上記のとおりとすることが挙げられる。具体的には、SPV測定装置を設置するクリーンルームに、有機物を除去するケミカルフィルタを設置して、クリーンルーム内の雰囲気の有機物濃度を上記のとおりとする。有機物を除去するケミカルフィルタとしては、日本ピュアテックス社製「ピュアライト」PF592FN（MAF）などを例示することができる。クリーンルームに対するケミカルフィルタの設置場所は、クリーンルーム内の雰囲気の有機物濃度を好適に低減する観点から適宜決定すればよい。第1の発明群と同様に、ケミカルフィルタは、外気取り込み口に設置し、さらに循環ファンとHEPAフィルタとの間に設置されることが好ましい。

[0054] SPV測定雰囲気の有機物濃度を上記のとおりとする他の態様としては、測定に用いるSPV測定装置100の特定空間の雰囲気を、上記有機物濃度とすることが挙げられる。以下、図1を参照したSPV測定装置100の基本的構成の説明は、第1の発明群の記載を援用する。

[0055] ここで、第1の筐体38及び第3の筐体42に対して気流の風上側にそれぞれ第1のケミカルフィルタ48及び第2のケミカルフィルタ50を設置して、第1の筐体38及び第3の筐体42の内部を、ウェーハ暴露法によって

測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気とすることが肝要である。SPV測定において、測定を実際に行う第1の筐体38内の雰囲気と乖離処理を行う第3の筐体42内の雰囲気は、最低限コントロールする必要がある。このように、第1及び第3の筐体内の雰囲気を制御することによって、有機物が測定ステージ22や乖離ステージ26に堆積して、ウェーハの裏面に付着するようなことがないために、測定値に悪影響を及ぼさない。第1のケミカルフィルタ48及び第2のケミカルフィルタ50としては、既述のケミカルフィルタを好適に用いることができる。

[0056] また、測定精度をさらに向上させる観点から、第4の筐体44に対して気流の風上側に第3のケミカルフィルタ52を設置して、第4の筐体44の内部も上記雰囲気とすることが好ましい。これにより、有機物が第4の筐体44内のロボットアーム30に堆積して、ウェーハの裏面に付着するようなことがないために、測定精度がさらに向上する。

[0057] なお、第1の筐体38、第3の筐体42及び第4の筐体44は、1つの測定空間（測定領域、乖離処理領域、及び搬送領域）を区画するように一体化されていてもよい。

[0058] また、気流に乱流が発生しにくいことから、第1、第2及び第3のケミカルフィルタ48、50、52は、それぞれ第1、第3及び第4の筐体38、42、44の上方に設置することが好ましい。

実施例

[0059] <実験例1>

第1の発明群に関連する実験例1を以下に示す。

[0060] （発明例）

SPV測定装置（Semilab-SDi LLC製のFAaST330（デジタル型））をクリーンルーム内に設置した。当該クリーンルームには、アニオンフィルタ（日本ピュアテック社製：ピュアライト P592E5H）及びカチオンフィルタ（日本ピュアテック社製：ピュアライト PF590F4H）を新しく設置して、イオン濃度を低減させた。表1には、以下の方法で測定したイオン濃度を示した。なお

、No. 1～6はそれぞれ異なる日に測定したものである。なお、イオン濃度以外の環境条件としては、メーカー推奨の温度： $24 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度： $30 \sim 50\%$ 、及び清浄度：クラス7（JIS規格）とした。

[0061] <イオン濃度測定方法>

イオン濃度の測定は、純水インピンジャーバブリング法にて行った。

- ・純水；100 mL
- ・吸引速度；1 L／分
- ・吸引時間；360分
- ・分析装置；イオンクロマトグラフィー

1 m³中の雰囲気中のイオン濃度への換算は、以下の換算式を用いた。

分析値 [ppb] × 回収純水量 [mL] ÷ 吸引量 [m³] = イオン濃度 [$\mu\text{g} / \text{m}^3$]

[0062] Fe濃度が $10^8 / \text{cm}^3$ オーダーのp型シリコンウェーハを3枚、Fe濃度が $10^9 / \text{cm}^3$ 前半オーダーのp型シリコンウェーハを3枚、Fe濃度が $10^9 / \text{cm}^3$ 後半～ $10^{10} / \text{cm}^3$ オーダーのp型シリコンウェーハを3枚の計9枚を用意した。表1のNo. 1～6の雰囲気下において、上記SPV測定装置を用いて各ウェーハの面内177点におけるFe濃度を3回測定した。測定条件はメーカー推奨条件とし、照射波長は780 nmと1004 nmとした。

[0063] <測定精度の評価>

各ウェーハについて、面内177点の平均Fe濃度の3回のばらつき（3回の平均Fe濃度の分散値／3回の平均Fe濃度の平均値×100）をCV値として、表2に示した。CV値が10%以下であることが好ましい。

また、各ウェーハの177点の測定値のうち、 $L_{\text{Fei}} > L_{\text{FeB}}$ となった欠測点（Undefined point）の数をカウントし、その3回平均を平均UD値として、表3に示した。

なお、表2及び表3では、Fe濃度が $10^8 / \text{cm}^3$ オーダーのウェーハを「WF 1～3」、Fe濃度が $10^9 / \text{cm}^3$ 前半オーダーのウェーハを「WF 4～

6」、Fe濃度が $10^9/\text{cm}^3$ 後半～ $10^{10}/\text{cm}^3$ オーダーのウェーハを「WF7～9」として表示した。発明例により測定した、各ウェーハの3回の平均Fe濃度の平均値は表4に示す。

また、上記のSPV測定とは別に、校正用キャリブレーションチップを用いたSignal値の測定を、1ヶ月間毎日行い、1日目のSignal値を1として変化率を求めた。結果を図3に示す。

[0064] (比較例1)

クリーンルームにケミカルフィルタを設置せず、イオン濃度を低減しなかったこと以外は、発明例と同様の方法で、イオン濃度の測定及び測定精度の評価を行った。結果を表1～3及び図3に示す。

[0065] (比較例2)

比較例1と異なる工場のケミカルフィルタを設置しないクリーンルームに設置された、発明例と同形式のSPV測定装置かつ発明例と同様の方法で、イオン濃度の測定及び測定精度の評価を行った。結果を表1～3及び図3に示す。

[0066] [表1]

区分	No.	カチオン			アニオン						
		Na ⁺	NH ₄ ⁺	K ⁺	F ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	PO ₄ ³⁻	Br ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻
発明例	1	< 0.002	1.143	< 0.003	< 0.006	< 0.002	< 0.500	< 0.017	< 0.011	< 0.008	< 0.008
	2	< 0.002	1.744	< 0.003	< 0.006	< 0.002	< 0.500	< 0.017	< 0.011	< 0.008	< 0.008
	3	< 0.002	1.383	0.007	< 0.006	< 0.002	< 0.500	< 0.017	< 0.011	< 0.008	< 0.008
	4	< 0.002	1.143	< 0.003	< 0.006	< 0.002	< 0.500	< 0.017	< 0.011	< 0.008	< 0.008
	5	< 0.002	1.289	0.005	< 0.006	< 0.002	< 0.500	< 0.017	< 0.011	< 0.008	< 0.008
	6	< 0.002	1.444	< 0.003	< 0.006	< 0.002	< 0.500	< 0.017	< 0.011	< 0.008	< 0.008
比較例1	1	< 0.002	2.067	< 0.003	0.026	0.052	< 0.500	0.017	0.011	0.440	0.017
比較例2	1	0.018	7.596	0.025	0.010	0.012	0.748	0.017	0.011	0.020	0.013
	2	0.017	4.869	0.086	0.007	0.013	1.567	0.017	0.011	0.035	0.009
	3	0.017	5.074	0.025	0.008	0.010	1.698	0.017	0.011	0.064	0.013
	4	0.017	5.401	0.025	0.006	0.016	1.688	0.017	0.011	0.092	0.021
	5	0.017	5.074	0.025	0.008	0.010	1.698	0.017	0.011	0.064	0.013
	6	0.017	5.991	0.025	0.019	0.013	2.136	0.017	0.011	0.030	0.023
	7	0.017	6.005	0.025	0.006	0.018	1.537	0.017	0.011	0.057	0.025
	8	0.017	6.310	0.025	0.006	0.017	0.981	0.017	0.011	0.040	0.009

[0067]

[表2]

区分	CV値(%)								
	WF1	WF2	WF3	WF4	WF5	WF6	WF7	WF8	WF9
発明例	3.0%	5.8%	3.0%	2.2%	1.9%	1.4%	0.0%	1.3%	1.1%
	4.7%	7.9%	3.5%	1.8%	1.2%	1.4%	1.1%	0.9%	0.6%
	4.9%	3.8%	8.8%	0.8%	1.0%	0.8%	0.4%	0.3%	0.6%
	5.4%	9.6%	5.5%	0.8%	1.3%	1.7%	0.7%	1.6%	0.3%
	7.9%	4.8%	6.9%	1.4%	1.8%	1.1%	0.8%	0.4%	0.3%
	5.0%	8.8%	6.0%	2.2%	2.1%	1.2%	0.9%	0.7%	0.8%
比較例1	12.1%	15.3%	18.4%	2.1%	1.0%	0.5%	0.5%	2.8%	1.4%
比較例2	16.7%	28.8%	19.6%	4.6%	2.9%	1.8%	1.1%	2.0%	1.2%
	24.7%	10.9%	28.1%	4.9%	2.1%	3.9%	1.8%	1.3%	1.6%
	19.2%	17.9%	15.7%	3.8%	4.8%	0.4%	1.2%	1.7%	0.9%
	27.9%	11.2%	13.1%	3.0%	5.8%	3.0%	2.2%	1.9%	1.4%
	19.0%	12.8%	30.4%	4.3%	6.3%	5.9%	0.8%	1.8%	1.4%
	57.7%	29.5%	24.1%	5.9%	2.8%	4.8%	0.4%	1.2%	1.7%
	13.3%	24.7%	10.9%	3.9%	4.7%	1.1%	1.1%	1.3%	0.8%
	14.8%	21.5%	14.1%	3.9%	2.8%	1.6%	1.2%	1.4%	3.0%

[0068] [表3]

区分	平均UD数(個)								
	WF1	WF2	WF3	WF4	WF5	WF6	WF7	WF8	WF9
発明例	0	5	1	0	0	0	0	0	0
	3	5	2	0	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	1	0	0	0	0	0	0	0	0
	0	1	0	0	0	0	0	0	0
	2	3	0	0	0	0	0	0	0
比較例1	16	6	10	0	0	0	0	0	0
比較例2	23	10	22	1	0	0	0	0	0
	14	33	21	0	0	0	0	0	1
	12	30	4	1	0	0	0	0	0
	29	23	6	2	0	0	0	0	0
	38	31	55	1	0	1	0	0	0
	41	15	10	8	10	2	0	1	1
	16	6	14	6	4	0	1	0	1
	10	13	7	0	0	0	0	0	0

[0069]

[表4]

WF	平均Fe濃度 ($/\text{cm}^3$)
WF1	8.5.E+08
WF2	7.7.E+08
WF3	7.8.E+08
WF4	4.1.E+09
WF5	4.3.E+09
WF6	4.2.E+09
WF7	1.4.E+10
WF8	6.6.E+09
WF9	9.3.E+09

[0070] <評価結果>

表2及び表3に示すように、発明例では $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度であっても、CV値が10%以下に抑えられ、平均UD値がほぼゼロに抑えられている。これに対し、比較例1, 2では、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度ではCV値が10%を超えており、平均UD値も大きくなっている。また、図3に示すように、発明例ではSignal値の変化が小さい。これに対し、比較例1, 2ではSignal値の変化が大きくなっており、カチオンが多い比較例2では、特にSignal値の低下量が大きくなっている。

[0071] <実験例2>

第2の発明群に関連する実験例2を以下に示す。

[0072] (発明例)

SPV測定装置 (Semilab-SDi LLC製のFAaST330 (デジタル型)) をクリーンルーム内に設置した。当該クリーンルームには、有機物除去ケミカルフィルタ (日本ピュアテック社製: ピュアライト PF-592FN(MAF)) を設置して、有機物濃度を低減させた。表5には、以下の方法で測定した有機物濃度を示した。なお、有機物濃度以外の環境条件としては、メーカー推奨の温度: $24 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相対湿度: 30~50%、及び清浄度: クラス7 (JIS規格)

とした。

[0073] <有機物濃度測定方法>

有機物濃度の測定は、ウェーハ暴露法にて行った。直径300mmのシリコンウェーハをクリーンルーム雰囲気にて5時間暴露した。その後、暴露したウェーハを加熱し、遊離したガス全体の質量をGC-MSによって分析した。得られた分析値（ng）をウェーハ面積（cm²）あたりに換算して有機物濃度（ng/cm²）とした。

[0074] Fe濃度が10⁸/cm³オーダーのp型シリコンウェーハを3枚、Fe濃度が10⁹/cm³前半オーダーのp型シリコンウェーハを3枚、Fe濃度が10⁹/cm³後半～10¹⁰/cm³オーダーのp型シリコンウェーハを3枚の計9枚を用意した。表1に記載の有機物濃度の雰囲気下において、上記SPV測定装置を用いて各ウェーハの面内177点におけるFe濃度を3回測定した。測定条件はメーカー推奨条件とし、照射波長は780nmと1004nmとした。

[0075] <測定精度の評価>

各ウェーハについて、面内177点の平均Fe濃度の3回のばらつき（3回の平均Fe濃度の分散値/3回の平均Fe濃度の平均値×100）をCV値として求めた。図4に、各ウェーハについて、3回の平均Fe濃度の平均値を横軸に、CV値を縦軸にプロットしたグラフを示す。CV値が10%以下であることが好ましい。

[0076] また、上記のSPV測定とは別に、Fe濃度が10⁸/cm³オーダーのp型シリコンウェーハのセンター1点を、毎日1回、10日間、繰り返し測定したSPV信号値の変化率を、1回目の測定値を1として図5に示す。また、SPV信号値の変化を更に詳細に確認するため、発明例と比較例1については、引き続き100日目まで測定し、図5と同様に、1日目の測定値を1として変化率を図6に示す。

[0077] （比較例1）

ケミカルフィルタを設置せず、かつクリーンルームへの外気取り込みが少

なく、循環を多くした環境としたこと以外は、発明例と同様の方法で、測定精度の評価を行った。結果を表5及び図4～6に示す。

[0078] (比較例2)

ケミカルフィルタを設置せず、かつクリーンルームへの外気取り込みが多く、循環を少なくした環境としたこと以外は、発明例と同様の方法で、測定精度の評価を行った。結果を表5及び図4～5に示す。

[0079] [表5]

区分	有機物濃度 (ng/cm ²)
発明例	0.05
比較例1	0.08
比較例2	0.42

[0080] <評価結果>

図4に示すように、雰囲気中に有機物が少ない発明例では $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度であってもCV値が10%以下に抑えられている。これに対し、雰囲気中に有機物が多い比較例1, 2では、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度ではCV値が10%を超えている。このことから、Fe濃度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下の場合、ウェーハ暴露法により測定される有機物が $0.05 \text{ ng} / \text{cm}^2$ より多い環境では、測定の繰り返し再現性が悪化してしまうことがわかる。

[0081] また、図5から、比較例2ではSPV信号の値が測定毎に低下してしまっていること、さらに、図6からは比較例1における環境においても長期的にはSPV信号の値が少しずつ低下し、100日後においては25%もの低下が見られていることがわかる。一方、発明例ではSPV信号の値の低下は見られない。以上のことから、有機物の多い環境では、同じ測定をしていても測定強度が弱くなってしまうため、測定値の信頼性が低下してしまうと言える。以上より、有機物が多い環境では有機物が表面電荷を打消し、または電氣的ノイズとなり、SPV測定の微小な電気信号に影響を与えているものと考えられる。

産業上の利用可能性

[0082] 本発明のSPV法によるp型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法及びSPV測定装置によれば、 $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ 以下のFe濃度の測定精度を向上させることができる。

符号の説明

- [0083] 100 SPV測定装置
- 10 光モジュール
 - 12 光源
 - 14 チョッパ
 - 16 フィルターホイール
 - 18 プロブ
 - 20 ロックインアンプ
 - 22 測定ステージ
 - 24 校正用キャリブレーションチップ
 - 26 乖離ステージ
 - 28 フラッシュランプ
 - 30 ロボットアーム
 - 32 ロボットコントローラ
 - 34 アライナー
 - 36 制御コンピュータ
 - 38 第1の筐体
 - 40 第2の筐体
 - 42 第3の筐体
 - 44 第4の筐体
 - 46 第5の筐体
 - 48 第1のケミカルフィルタ
 - 50 第2のケミカルフィルタ
 - 52 第3のケミカルフィルタ

W p型シリコンウェーハ

請求の範囲

- [請求項1] p型シリコンウェーハに対して行うSPV法による測定に基づいて、
該p型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるにあたり、
前記測定は、Na⁺、NH₄⁺及びK⁺の合計濃度が1.750 μg / m³以下であり、F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、PO₄³⁻、Br⁻、NO₃⁻及びSO₄²⁻の合計濃度が0.552 μg / m³以下である雰囲気下にて行うことを特徴とする、p型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法。
- [請求項2] SPV法による測定に基づいてp型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるSPV測定装置であって、
SPV測定の際にp型シリコンウェーハを載置する測定ステージと、
前記p型シリコンウェーハに光を照射する光モジュールと、
先端に設けられた静電容量センサーと前記p型シリコンウェーハの表面との間に生じる静電容量を測定するプローブと、
前記プローブで測定された静電容量に対応するSPV信号を増幅し、検出するロックインアンプと、
測定誤差を低減するための校正用キャリブレーションチップと、
前記p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させる処理をする際に前記p型シリコンウェーハを載置する乖離ステージと、
前記p型シリコンウェーハ中のFe-Bペアを乖離させるためのフラッシュランプと、
前記p型シリコンウェーハを前記測定ステージ及び前記乖離ステージに対して搬送及び搬出するロボットアームと、
前記ロボットアームを制御するロボットコントローラと、
を有し、
前記測定ステージ、前記プローブ及び前記校正用キャリブレーションチップを収容する第1の筐体と、
前記光モジュール及び前記ロックインアンプを収容する第2の筐体

と、

前記乖離ステージ及び前記フラッシュランプを収容する第3の筐体

と、

前記ロボットアーム及び前記ロボットコントローラを収容する第4の筐体と、

をさらに有し、

前記第1の筐体及び前記第3の筐体に対して気流の風上側にそれぞれ第1のケミカルフィルタ及び第2のケミカルフィルタを設置して、前記第1の筐体及び前記第3の筐体の内部を、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気としたことを特徴とするSPV測定装置。

[請求項3]

前記第4の筐体に対して気流の風上側に第3のケミカルフィルタを設置して、前記第4の筐体の内部を、 Na^+ 、 NH_4^+ 及び K^+ の合計濃度が $1.750 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下であり、 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 及び SO_4^{2-} の合計濃度が $0.552 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下である雰囲気とした、請求項2に記載のSPV測定装置。

[請求項4]

前記第1のケミカルフィルタ及び前記第2のケミカルフィルタは、それぞれ前記第1の筐体及び前記第3の筐体の上方に設置される、請求項2に記載のSPV測定装置。

[請求項5]

前記第3のケミカルフィルタは前記第4の筐体の上方に設置される、請求項3に記載のSPV測定装置。

[請求項6]

p型シリコンウェーハに対して行うSPV法による測定に基づいて、該p型シリコンウェーハ中のFe濃度を求めるにあたり、
前記測定は、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が $0.05 \text{ ng}/\text{cm}^2$ 以下となる雰囲気下にて行うことを特徴とする、p型シリコンウェーハ中のFe濃度測定方法。

[請求項7]

SPV法による測定に基づいてp型シリコンウェーハ中のFe濃度

を求めるSPV測定装置であって、

SPV測定の際にp型シリコンウェーハを載置する測定ステージと

、

前記p型シリコンウェーハに光を照射する光モジュールと、

先端に設けられた静電容量センサーと前記p型シリコンウェーハの表面との間に生じる静電容量を測定するプローブと、

前記プローブで測定された静電容量に対応するSPV信号を増幅し、検出するロックインアンプと、

測定誤差を低減するための校正用キャリブレーションチップと、

前記p型シリコンウェーハ中のF_e-Bペアを乖離させる処理をする際に前記p型シリコンウェーハを載置する乖離ステージと、

前記p型シリコンウェーハ中のF_e-Bペアを乖離させるためのフラッシュランプと、

前記p型シリコンウェーハを前記測定ステージ及び前記乖離ステージに対して搬送及び搬出するロボットアームと、

前記ロボットアームを制御するロボットコントローラと、
を有し、

前記測定ステージ、前記プローブ及び前記校正用キャリブレーションチップを収容する第1の筐体と、

前記光モジュール及び前記ロックインアンプを収容する第2の筐体と、

前記乖離ステージ及び前記フラッシュランプを収容する第3の筐体と、

前記ロボットアーム及び前記ロボットコントローラを収容する第4の筐体と、

をさらに有し、

前記第1の筐体及び前記第3の筐体に対して気流の風上側にそれぞれ第1のケミカルフィルタ及び第2のケミカルフィルタを設置して、

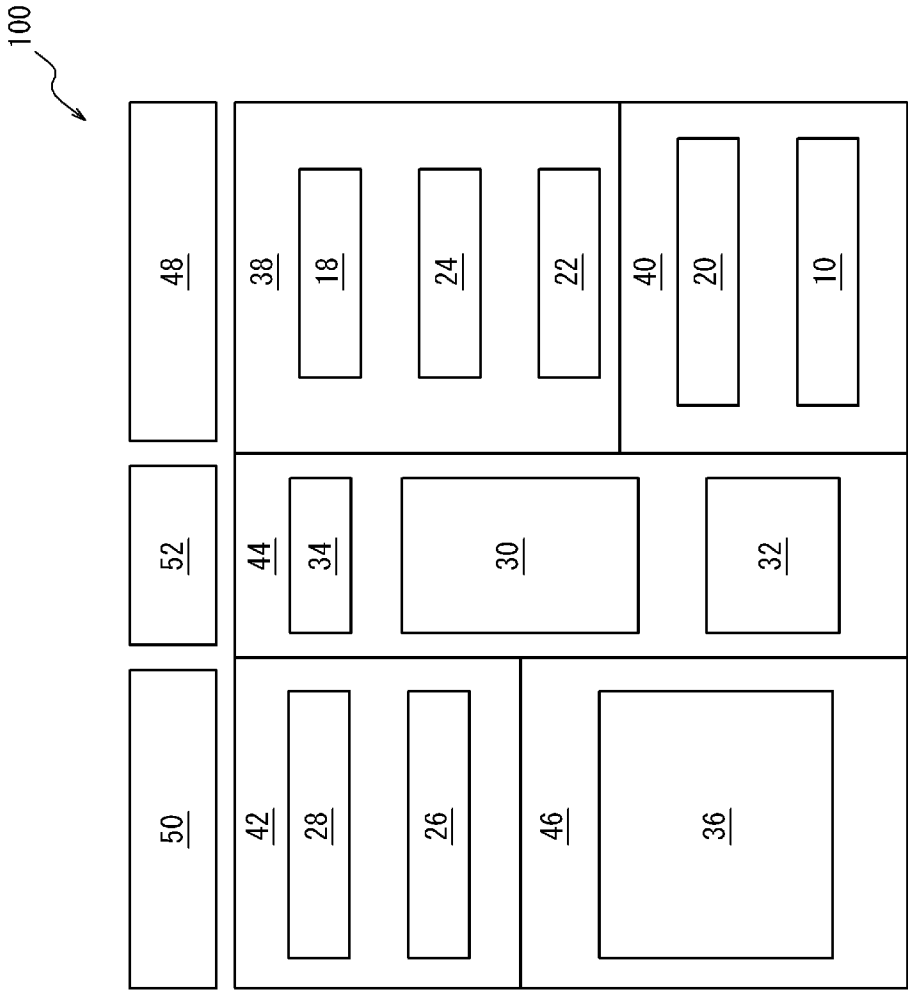
前記第 1 の筐体及び前記第 3 の筐体の内部を、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気としたことを特徴とする SPV 測定装置。

[請求項 8] 前記第 4 の筐体に対して気流の風上側に第 3 のケミカルフィルタを設置して、前記第 4 の筐体の内部を、ウェーハ暴露法によって測定される有機物の濃度が 0.05 ng/cm^2 以下となる雰囲気とした、請求項 7 に記載の SPV 測定装置。

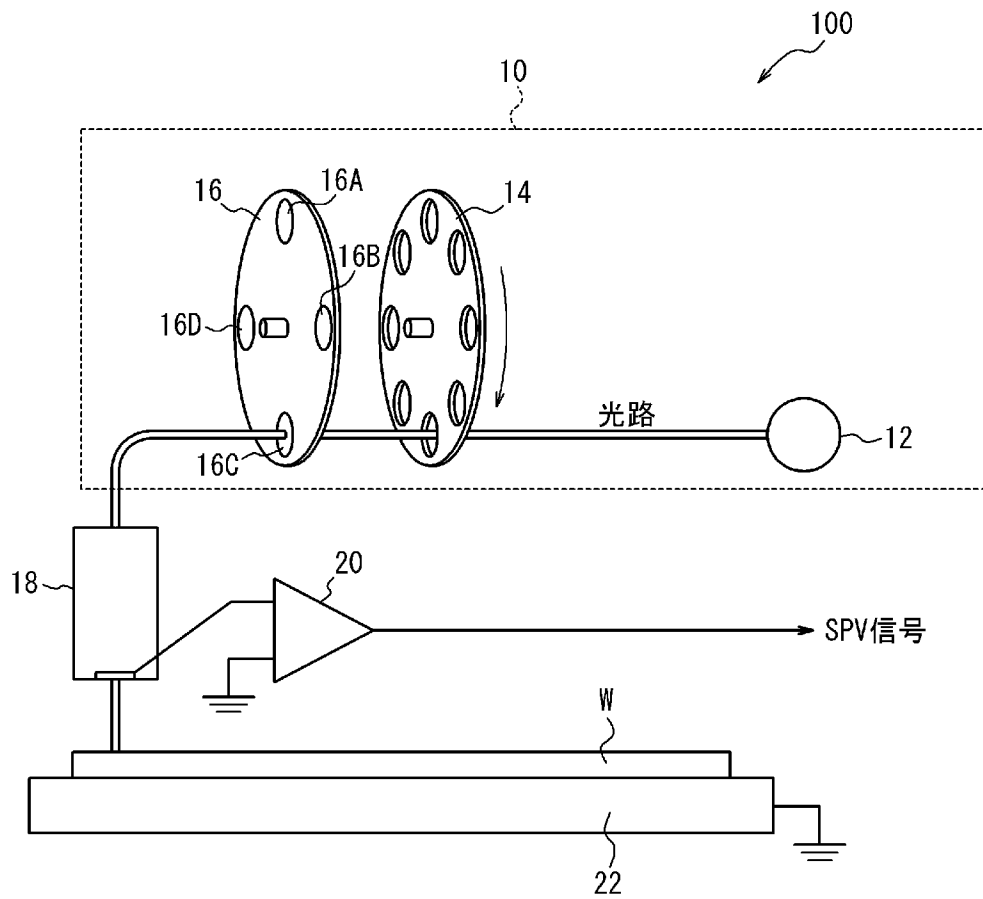
[請求項 9] 前記第 1 のケミカルフィルタ及び前記第 2 のケミカルフィルタは、それぞれ前記第 1 の筐体及び前記第 3 の筐体の上方に設置される、請求項 7 に記載の SPV 測定装置。

[請求項 10] 前記第 3 のケミカルフィルタは前記第 4 の筐体の上方に設置される、請求項 8 に記載の SPV 測定装置。

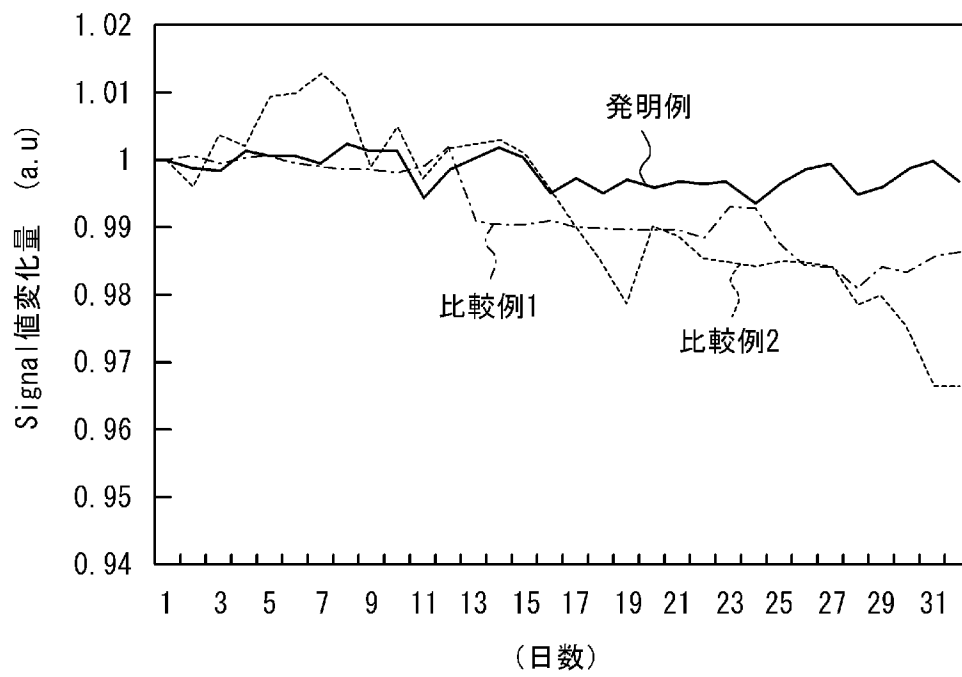
[図1]



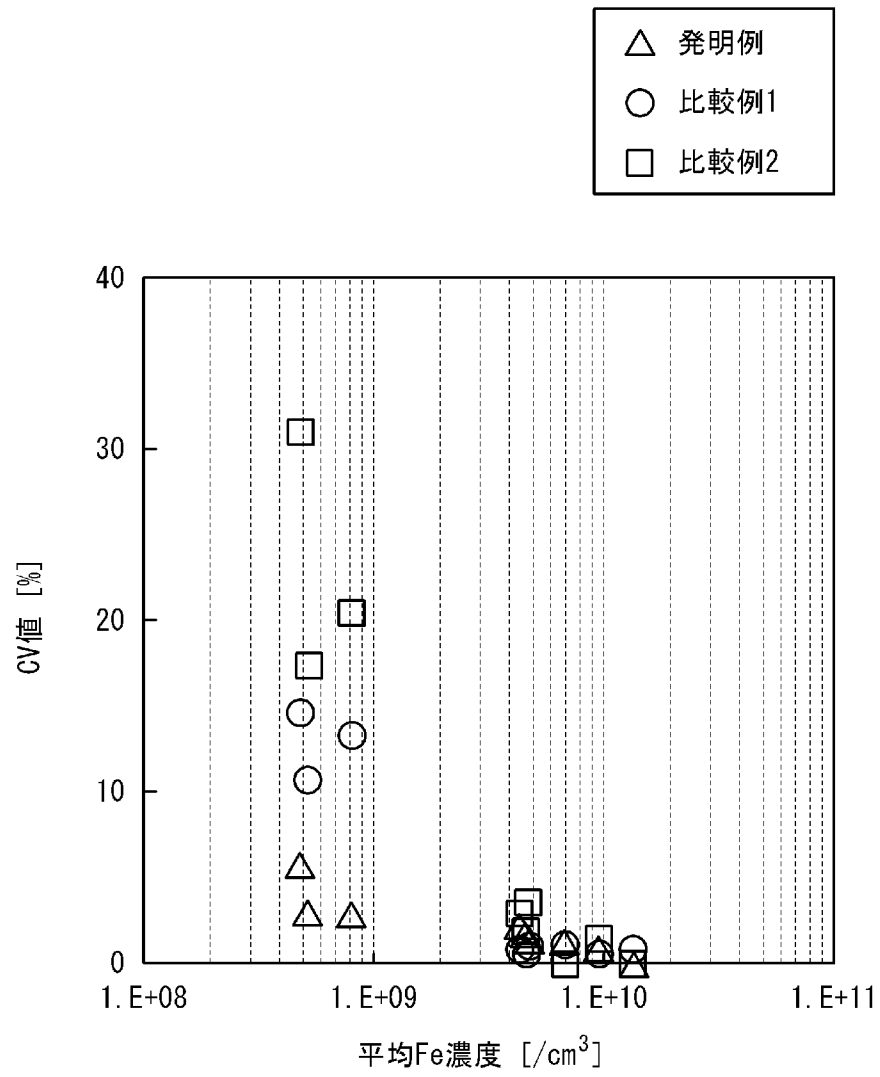
[図2]



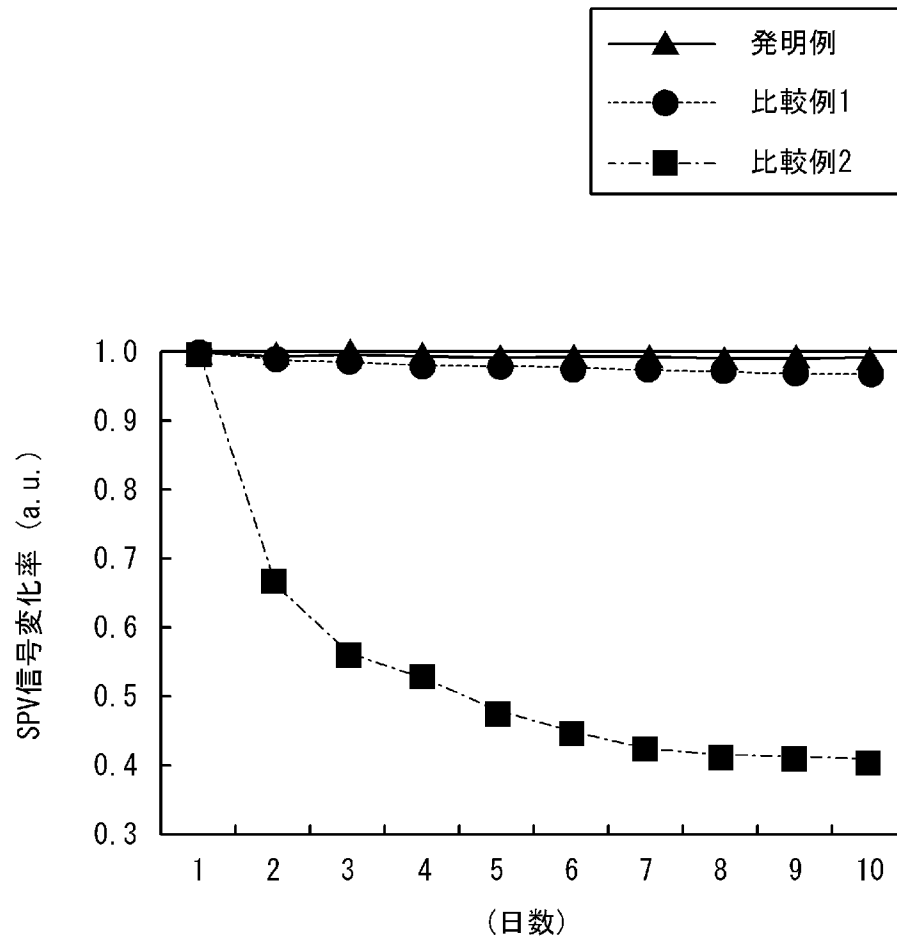
[図3]



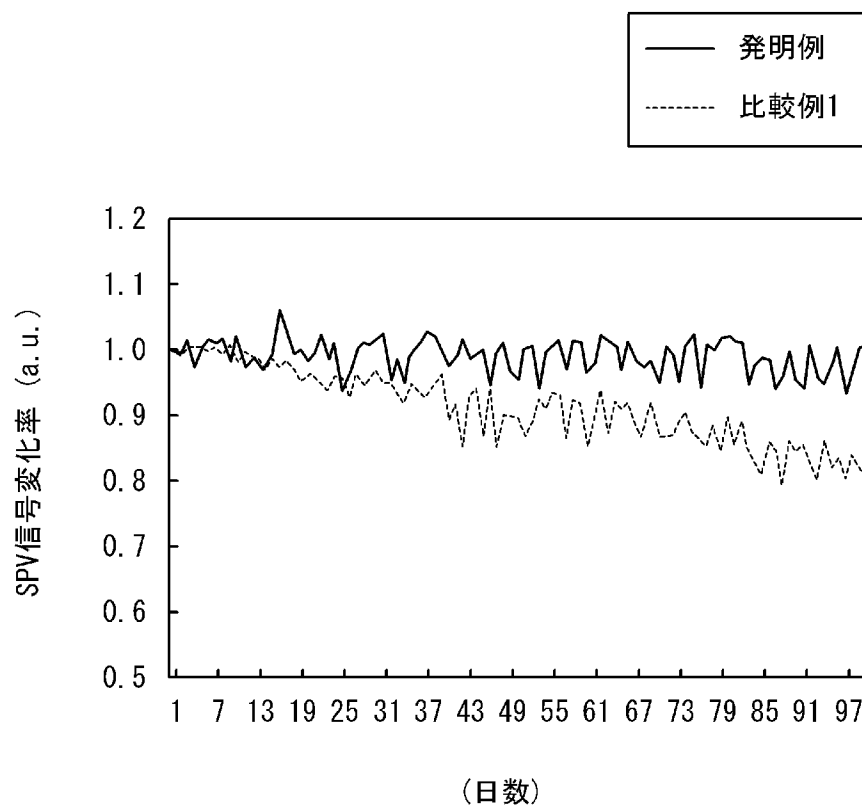
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/036946

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.
Y	WO 2017/061072 A1 (SUMCO CORPORATION) 13 April 2017, paragraphs [0017]-[0030], fig. 1 & DE 112016004633 T5 & KR 10-2018-0050374 A & CN 108140592 A & TW 201727790 A	1-10
Y	JP 2003-332190 A (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) 21 November 2003, paragraphs [0021]-[0024] (Family: none)	1-10
Y	JP 2012-049345 A (SUMCO CORPORATION) 08 March 2012, paragraph [0038], fig. 1 & US 2012/0049329 A1, paragraph [0067], fig. 1 & EP 2423956 A2	2-5, 7-10



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

19.10.2018

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/JP2018/036946

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 10-096333 A (MITSUBISHI ELECTRIC CORPORATION) 14 April 1998, paragraphs [0014]-[0019], fig. 1 & US 5752985 A, column 5, line 72 to column 7, line 24, fig. 1 & DE 19720663 A1 & KR 10-0250354 B & TW 332249 B	4, 5, 9, 10

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
Y	WO 2017/061072 A1 (株式会社SUMCO) 2017.04.13, 段落[0017]-[0030], 図1 & DE 112016004633 T5 & KR 10-2018-0050374 A & CN 108140592 A & TW 201727790 A	1-10
Y	JP 2003-332190 A (信越半導体株式会社) 2003.11.21, 段落【0021】 - 【0024】 (ファミリーなし)	1-10
Y	JP 2012-049345 A (株式会社SUMCO) 2012.03.08, 段落【0038】, 図1 & US 2012/0049329 A1, 段落[0067], 図1 & EP 2423956 A2	2-5, 7-10

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
「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
「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)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「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
「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
「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
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

19.10.2018

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)

土谷 慎吾

50

3143

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
Y	JP 10-096333 A (三菱電機株式会社) 1998.04.14, 段落【0014】 - 【0019】, 図 1 & US 5752985 A, 第 5 欄第 72 行-第 7 欄第 24 行, 図 1 & DE 19720663 A1 & KR 10-0250354 B & TW 332249 B	4, 5, 9, 10