

(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
2020年12月10日(10.12.2020)



(10) 国際公開番号

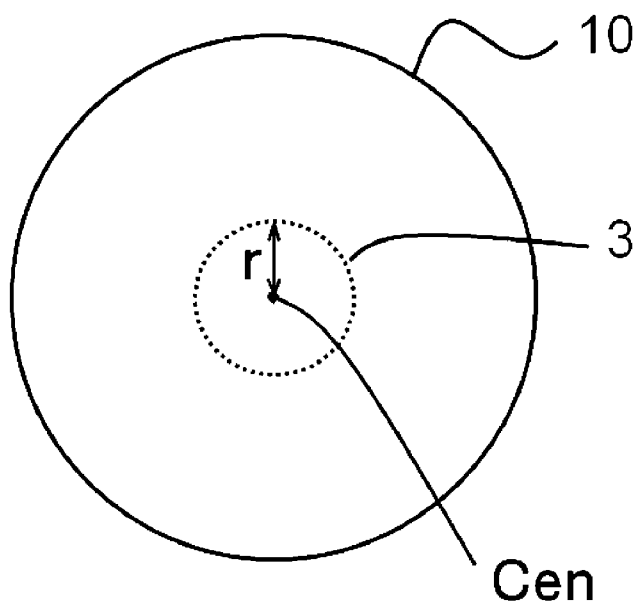
WO 2020/246138 A1

(51) 国際特許分類:
G01R 27/02 (2006.01) *H01L 21/66* (2006.01)
(21) 国際出願番号: PCT/JP2020/016069
(22) 国際出願日: 2020年4月10日(10.04.2020)
(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 2019-104674 2019年6月4日(04.06.2019) 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: 吉 田 昌 弘 (YOSHIDA Masahiro);
〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉
字大平 1 5 0 番地 信越半導体株式会社 白河
工場内 Fukushima (JP). 福山 光博(FUKUYAMA
Mitsuhiro); 〒9618061 福島県西白河郡西郷村
大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株
式会社 白河工場内 Fukushima (JP). 久米 史
高(KUME Fumitaka); 〒3790196 群馬県安中市
磯部二丁目 1 3 番 1 号 信越半導体株式会
社 磯部工場内 Gunma (JP). 金谷 晃一(KANAYA
Koichi); 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大
字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株
式会社 白河工場内 Fukushima (JP).

(54) Title: RESISTIVITY MEASUREMENT DEVICE MANAGEMENT METHOD

(54) 発明の名称: 抵抗率測定装置の管理方法



(57) Abstract: The present invention pertains to a method for managing a resistivity measurement device by repeatedly measuring, by a four-probe method, resistivity on a measurement surface of a standard sample comprising a silicon monocrystal, the method involving: using a standard sample in which the measurement surface is a plane orthogonal to the center axis of a silicon ingot and which includes, in the in-plane of the measurement surface, an intersection point between the center axis of the silicon ingot and the plane orthogonal to the center axis; arranging four probes for use



(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 1 1 号 第一下谷ビル 8 F 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, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, 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))

in the four-probe method such that the array direction thereof is orthogonal to a straight line connecting the intersection point and a measurement position; measuring the resistivity by means of the four-probe method; and rotationally moving the measurement position by a prescribed rotational angle about the intersection point for each measurement. Thus, it is possible to provide a resistivity measurement device management method which can achieve stabilization of repetitive resistivity measurement of a silicon monocrystal which is a standard sample.

(57) 要約: 本発明は、シリコン単結晶からなる標準サンプルの測定面の抵抗率を四探針法により繰返し測定して抵抗率測定装置の管理を行う方法であって、前記標準サンプルとして、前記測定面がシリコンインゴットの中心軸に直交する平面であり、前記測定面の面内に前記シリコンインゴットの中心軸と前記中心軸に直交する平面の交点を含む前記標準サンプルを用い、前記四探針法で使用する4本の探針の配列方向が、前記交点と測定位置とを結ぶ直線に対し直交する方向となるように配置して、前記四探針法による前記抵抗率の測定を行い、前記測定を行う毎に、前記交点を回転中心として所定の回転角度で前記測定位置を回転移動する抵抗率測定装置の管理方法である。これにより、標準サンプルであるシリコン単結晶の繰返し抵抗率測定を安定化できる抵抗率測定装置の管理方法を提供する。

明 細 書

発明の名称：抵抗率測定装置の管理方法

技術分野

[0001] 本発明は抵抗率測定装置の管理方法に関し、より詳しくは、四探針法を用いてシリコン単結晶の抵抗率を繰り返し測定することにより、抵抗率測定装置を管理する方法に関する。

背景技術

[0002] 四探針法を用いてシリコン単結晶の抵抗率を測定する方法は、SEM I MF 84-0312 (Test Method for Measuring Resistivity of Silicon Wafers with an In-line Four-point Probe)、及び、JIS H 0602 (シリコン単結晶及びシリコンウェーハの4探針法による抵抗率測定方法)に規定されている。

[0003] また、四探針法の測定に用いられる装置は、非特許文献1に記載されるNISTサンプルを用いて定期的に校正される。

[0004] 特許文献1は、シリコン単結晶薄膜の抵抗率を四探針法により測定する抵抗率測定方法において、4本の探針の先端部が同一直線上で平坦になるまで予め摩耗させた探針を用いて、シリコン単結晶薄膜の抵抗率を測定することを提案している。シリコン単結晶の抵抗率測定に用いられる四探針法の探針は通常、タングステン・カーバイド等の丈夫な材質が用いられ、先端部の曲率半径が40 μ m程度の探針4本が1mmの等間隔に配列されている。

先行技術文献

非特許文献

[0005] 非特許文献1: NIST Special Publication 260-131, 2006Ed. The Certification of 100mm Diameter Silicon Resistivity SRMs 2541 Through 2547 Using Dua

I - Configuration Four-Point Probe Measurements, 2006 Edition

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2001-274211号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] シリコン単結晶の抵抗率を測定する四探針法の抵抗率測定装置を管理するため、同一のシリコン単結晶を標準サンプルとして同じ位置を毎日、決まった時刻に測定し、その測定値が管理基準内にあることを確認する。これを日常管理測定という。

[0008] ここで、標準サンプルとするシリコン単結晶とは、ウェーハ形状のみならず、1/4ウェーハ等の破片形状、短冊形状、チップ形状、ブロック形状などのシリコン単結晶が含まれる。

[0009] 四探針法で使用される探針にはタングステン・カーバイド等の丈夫な材質が用いられているため、探針がシリコン単結晶表面に接触する度、該シリコン単結晶表面に探針跡が形成される。探針跡はクレータ状に形成され、その中心部が窪むと共に周辺部が盛り上がるため、探針跡の形成された同じ位置を測定し続けると、シリコン単結晶と探針の接触状態が悪くなり、測定バラツキが大きくなっていく。

[0010] 抵抗率あるいはそのバラツキが所定の管理基準を超えると、日常管理用のシリコン単結晶を新しいものに交換する必要がある。そして、新しいシリコン単結晶を日常管理用の標準サンプルとして使用するためには、その標準サンプルを多数回測定し、その平均値と標準偏差から抵抗率とバラツキの新たな管理基準値を算出しなければならない。

[0011] 従来は、抵抗率測定機のステージに標準サンプルを手で載せていたため、ステージ上の標準サンプル位置が微妙にずれ、標準サンプルに形成される針跡が重なる頻度が低かった。その結果、標準サンプルの同じ位置を測定し続けることに起因する抵抗率の漸増と、バラツキの増大が顕在化するまでの期

間が比較的長かった。しかしながら、測定実施者により測定位置が異なったり、測定の都度測定位置が変わったりするなどの、管理できない測定位置の微妙なズレが生じること自体、測定を管理する上では、決して好ましいことではない。

[0012] 一方、近年、抵抗率測定機の自動化が進み、サンプルが正確にアライメントされるようになったため、日常管理用標準サンプルが同じ位置で毎日測定される度、針跡も同じ位置に形成されるようになり、抵抗率の漸増と、測定バラツキの増大が短期間の内に顕在化するようになった。四探針法の抵抗率測定装置自体に問題がなくても、日常管理用標準サンプルに針跡が形成されることによる抵抗率の変動（漸増、測定バラツキの増大）が発生する。このような場合、抵抗率測定装置と日常管理用標準サンプルのどちらに問題があるのか切り分けが困難になったり、短期間のうちに日常管理用標準サンプルを交換する必要が生じるという問題があった。

[0013] 本発明は上記課題を解決するためになされたものであり、標準サンプルであるシリコン単結晶の繰返し抵抗率測定を安定化できる抵抗率測定装置の管理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

[0014] 本発明は、上記目的を達成するためになされたものであり、シリコン単結晶からなる標準サンプルの測定面の抵抗率を四探針法により繰返し測定して抵抗率測定装置の管理を行う方法であって、前記標準サンプルとして、前記測定面がシリコンインゴットの中心軸に直交する平面であり、前記測定面の面内に前記シリコンインゴットの中心軸と前記中心軸に直交する平面の交点を含む前記標準サンプルを用い、前記四探針法で使用する4本の探針の配列方向が、前記交点と測定位置とを結ぶ直線に対し直交する方向となるように配置して、前記四探針法による前記抵抗率の測定を行い、前記測定を行う毎に、前記交点を回転中心として所定の回転角度で前記測定位置を回転移動する抵抗率測定装置の管理方法を提供する。

[0015] このような抵抗率測定装置の管理方法によれば、抵抗率の測定位置がシリ

コン単結晶インゴットの中心位置から等距離となり、実質的に同じ抵抗率の位置を測定することとなるため、測定位置を変えた場合であっても、同じ位置を繰り返し測定したときと同等の抵抗率を測定することとなる。測定の度に測定位置がずれて探針跡が重なる頻度が低減するため、標準サンプルのシリコン単結晶と探針の接触状態が良好に保たれる結果、長期間安定した繰返し測定が可能となる。また、同一の標準サンプルを長期にわたって使用できること（長寿命化）により、管理基準値の算出等の煩雑な作業を減らすことができる。

[0016] このとき、前記回転移動の前後の前記測定位置の間隔が、抵抗率測定時に前記探針が前記測定面に接触して形成される探針跡の直径以上、前記4本の探針の各探針間の間隔以下となるように、前記所定の回転角度を設定する抵抗率測定装置の管理方法とすることができる。

[0017] これにより、探針跡が重なる頻度を低減することができ、同一の標準サンプルを用いて、より多くの測定点の測定を行うことができ、より長期間にわたって安定した測定が可能となる。

[0018] このとき、1回目の測定位置の方向を 0° としたとき、前記所定の回転角度の総和が少なくとも 360° 未満の範囲では、前記探針が前記測定面と接触して形成される探針跡が重ならないように、前記所定の回転角度、及び／又は、前記交点と前記測定位置との距離を設定する抵抗率測定装置の管理方法とすることができる。

[0019] これにより、より安定して抵抗率の測定を行うことができる。

[0020] このとき、前記標準サンプルとしてシリコン単結晶ウェーハを用い、該シリコン単結晶ウェーハの中心を前記回転中心とし、前記測定位置を前記シリコン単結晶ウェーハの前記中心から半径方向に半径の $1/2$ 以下の領域とする抵抗率測定装置の管理方法とすることができる。

[0021] 上記のような領域は抵抗率がより安定している領域であり、このような領域に四探針を配置すれば、抵抗率をより安定して測定することができる。

[0022] 本発明は、また、シリコン単結晶からなる標準サンプルの測定面の抵抗率

を四探針法により繰返し測定して抵抗率測定装置の管理を行う方法であって、前記四探針法で使用する4本の探針を、標準サンプルの回転方向と平行に配列して、前記四探針法による前記抵抗率の測定を行い、前記測定を行う毎に、所定の回転角度で前記標準サンプルの測定位置を回転移動する抵抗率測定装置の管理方法を提供する。

[0023] 本発明の抵抗率測定装置の管理方法によれば、測定の度に測定位置がずれて探針跡が重なる頻度が低減するため、標準サンプルのシリコン単結晶と探針の接触状態が良好に保たれる結果、長期間安定した繰返し測定が可能となる。また、同一の標準サンプルを長期間にわたって使用できること（長寿命化）により、管理基準値の算出等の煩雑な作業を減らすことができる。

発明の効果

[0024] 以上のように、本発明の抵抗率測定装置の管理方法によれば、測定の度に測定位置をずらすことで探針跡が重なる頻度が低減するので、標準サンプルのシリコン単結晶と探針の接触状態が良好に保たれる結果、長期間安定した繰返し測定が可能となる。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]本発明に係る抵抗率測定装置の管理方法を含む概略工程図である。

[図2]本発明に係る四探針抵抗率測定方法の概略説明図である。

[図3]シリコン単結晶の表面に、半径 r の円状探針跡が形成される様子を示す概略説明図である。

[図4]シリコン単結晶に円状探針跡が形成される様子を示す概略説明図である。

[図5]シリコン単結晶に円状探針跡が形成される様子を示す概略説明図である。

[図6]実施例1の抵抗率経時変化を示すグラフである。

[図7]比較例1の抵抗率経時変化を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0026] 以下、本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものでは

ない。

[0027] 上述のように、標準サンプルであるシリコン単結晶の繰返し抵抗率測定を安定化できる抵抗率測定装置の管理方法が求められていた。

[0028] 本発明者らは、上記課題について鋭意検討を重ねた結果、シリコン単結晶からなる標準サンプルの測定面の抵抗率を四探針法により繰返し測定して抵抗率測定装置の管理を行う方法であって、前記標準サンプルとして、前記測定面がシリコンインゴットの中心軸に直交する平面であり、前記測定面の面内に前記シリコンインゴットの中心軸と前記中心軸に直交する平面の交点を含む前記標準サンプルを用い、前記四探針法で使用する4本の探針の配列方向が、前記交点と測定位置とを結ぶ直線に対し直交する方向となるように配置して、前記四探針法による前記抵抗率の測定を行い、前記測定を行う毎に、前記交点を回転中心として所定の回転角度で前記測定位置を回転移動する抵抗率測定装置の管理方法により、測定の度に測定位置がずれて探針跡が重なる頻度が低減するため、標準サンプルのシリコン単結晶と探針の接触状態が良好に保たれる結果、長期間にわたり安定した繰返し測定が可能となり、さらに、同一の標準サンプルを長期にわたって使用できること（長寿命化）が可能となり、管理基準値の算出等の煩雑な作業を減らすことができることを見出し、本発明を完成した。

[0029] 以下、図面を参照して説明する。

[0030] 本発明に係る抵抗率測定装置の管理方法においては、標準サンプルとして、測定面がシリコンインゴットの中心軸に直交する平面であり、測定面の面内にシリコンインゴットの中心軸と、中心軸に直交する平面の交点 C_{en} を含むシリコン単結晶を用いる。このようなシリコン単結晶は、交点 C_{en} を中心に周方向で一定の抵抗率分布を有している。このような標準サンプルは、シリコンインゴットの特性を反映して、交点 C_{en} を中心とした半径 r （ r の数値は任意）の円の円周方向では、交点 C_{en} を中心とした半径 R 方向よりも、抵抗率のバラツキが非常に小さい。したがって、このような標準サンプルを用い、四探針法で使用する4本の探針の配列方向が、交点 C_{en} と

測定位置とを結ぶ直線に対し直交する方向となるように配置して、周方向に測定位置をずらしながら抵抗率測定を行うことで、抵抗率の測定位置がシリコン単結晶インゴットの中心位置から等距離となり、実質的に同じ抵抗率の位置を測定することとなり、測定位置を変えた場合であっても、同じ位置を繰り返し測定したときと同等の抵抗率を測定することとなる。さらに、四探針法で使用する4本の探針の探針跡形成の影響を小さくして、安定して抵抗率測定管理を行うことができることを本発明者らは見出し、本発明を完成させた。

[0031] 図1は、本発明に係る抵抗率測定装置の管理方法を含む概略工程図を示し、本発明に係る抵抗率測定装置の管理方法に用いられる標準サンプルのシリコン単結晶の準備方法の一例を含めて示す。まず、CZ法で引き上げられたインゴットの任意の位置より薄板状のウェーハをスライスする(図1(a)、シリコンインゴットのスライス工程)。スライスして現れる面が、インゴットの軸方向に対し直交する(垂直な)平面となるようにスライスする。ここで、インゴットの軸方向に対し直交する(垂直な)平面には、インゴットの軸方向に対し $90^{\circ} \pm 10^{\circ}$ の範囲内の平面を含む。

[0032] 次に、スライスされたシリコン単結晶の主表面を#240～#2000番手で研削する(図1(b)、第1の研削工程)。高輝度平面研削を行う場合は、初めに#325程度の粗い砥石を用い粗研削して前記シリコン単結晶の厚さを調整した後、#1500以上の砥石を用いて研削し、所望の光沢度にする。

[0033] 続いて、アンモニア(NH_3)水・過酸化水素(H_2O_2)水、フッ化水素酸(HF)・過酸化水素(H_2O_2)水などを用いてシリコン単結晶を洗浄し(図1(c)、洗浄工程)、次工程のドナーキラ熱処理で用いられる熱処理炉が汚染されることを防止する。

[0034] ドナーキラ熱処理工程(図1(d))では、横型炉、縦型炉、あるいはRTP炉を用い、窒素ガス雰囲気中、 650°C 又は 1100°C でシリコン単結晶を熱処理し、酸素ドナーを消去する。

- [0035] 前記ドナーキラー熱処理工程で、シリコン単結晶の表面に酸化膜が形成されるので、フッ化水素酸（HF）を用いて酸化膜を除去する（図1（e）、フッ酸処理工程）。ただし、この酸化膜は次の第2の研削工程で除去することができるので、省略することもできる。フッ化水素酸（HF）で処理することにより、確実に酸化膜を除去することができる。
- [0036] 前記ドナーキラー熱処理工程、あるいは前記フッ酸処理工程で、シリコン単結晶の表面が変質する。そこで、第2の研削工程（図1（f））を施し、変質したシリコン単結晶の表面を削り取ると共に研削面に戻す。高輝度平面研削を行う場合は、初めに＃325程度の粗い砥石を用い粗研削して前記シリコン単結晶の厚さを調整した後、＃1500以上の砥石を用いて研削し、所望の光沢度にする。表面が研削面のシリコン単結晶を四探針法で測定すると、探針端とシリコン単結晶表面の接触状態がより良好になるため、好ましい。
- [0037] このようにして準備したシリコン単結晶を標準サンプルとして、シリコン単結晶の抵抗率保証や抵抗率測定装置の管理（図1（g）、抵抗率測定装置の管理工程）に用いる。抵抗率測定装置の管理方法としては、毎日行う日常管理と、例えば半年毎あるいは毎年行う校正があるが、どちらの管理方法でも同一のシリコン単結晶が標準サンプルとして繰り返し測定される。
- [0038] 本発明に係る抵抗率測定装置の管理方法で使用可能な標準サンプルのシリコン単結晶は、ウェーハ形状のみならず、1／4ウェーハ等の破片形状、短冊形状、チップ形状、ブロック形状などのシリコン単結晶を含むが、ウェーハ形状のシリコン単結晶がその中心を特定し易いので、最も好適に用いられる。
- [0039] 図2は、本発明に係る四探針法を用いた抵抗率測定装置の管理方法の概略説明図である。四探針抵抗率測定は、4本の探針が一直線上に等間隔 s に並べられたプローブ1を有し、該プローブ1を駆動手段（不図示）により上下して探針2a、2b、2c、2dの先端をシリコン単結晶10の表面に当接させるとともに、探針2aと探針2dの間に所定の電流 I を印加しつつ、探

針 2 b と探針 2 c の間で電圧 V を測ることにより、抵抗率 ρ を求める。十分に大きな面積と厚さを有するウェーハ形状のシリコン単結晶の中心部を、温度補正無しで測定する場合、抵抗率 ρ は、式 (1) で求められる。

$$\rho = 2 \pi s V / I \quad \cdots \quad (1)$$

[0040] より具体的には、探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d は、タングステン・カーバイド等の丈夫な材質が用いられ、先端部の曲率半径が略 $40 \mu\text{m}$ の探針 4 本が 1 mm の等間隔に配列され、 200 g / 本の針圧でシリコン単結晶 10 の表面に当接する。探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d が当接したシリコン単結晶 10 の表面には、直径略 $20 \mu\text{m}$ の探針跡 3 (3 a, 3 b, 3 c, 3 d) が形成される。

[0041] 探針跡 3 はクレータ状に形成され、その中心部が窪むと共に周辺部が盛り上がるため、探針跡 3 の形成された同一シリコン単結晶の同じ位置を抵抗率測定し続けると、シリコン単結晶 10 と探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d の接触状態が悪くなり、抵抗率が漸増するとともに測定バラツキが大きくなっていく。

[0042] そこで、図 3 に示すように、標準サンプルとしての同一シリコン単結晶 10 の抵抗率を四探針法により繰返し測定する際、4 本の探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d が配列された方向が、交点 C_{en} と測定位置とを結ぶ直線に対し直交する方向となるように配置して、交点 C_{en} を中心としてシリコン単結晶 10 を所定角度ずつ自転させながら、一定の間隔で抵抗率測定を行う。言い換えると、4 本の探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d が配列された方向が、交点 C_{en} を中心とした半径 r の円の接線方向、すなわち、標準サンプルの回転方向となるように配置して、半径 r の円周に沿って、一定の間隔で抵抗率測定させる。このようにすると、シリコン単結晶 10 の表面に、半径 r の円状に探針跡 3 が形成される。なお、測定位置の変更は、探針と標準サンプルとを相対移動させればよく、標準サンプルを固定して、探針を移動させてもよいことは言うまでもない。

[0043] 一例として、図 4 (a), (b) 及び図 5 (a), (b) に、シリコン単

結晶10を1回の測定毎に1.63° 間隔で自転させることにより、探針間隔1mmのプローブ1が、半径20mmの円周に沿って、0.57mm間隔で繰返し抵抗率測定させる場合に形成する円状の探針跡3を示す。ここで、探針跡3aを「○」、探針跡3bを「×」、探針跡3cを「△」、探針跡3dを「+」で表示する。なお、図4、図5ともに、図の縦軸及び横軸は、シリコン単結晶10（シリコン単結晶ウェーハ）の中心からの距離を示す。

[0044] 図4（a）は初回測定時の探針跡であり、シリコン単結晶10が未だ自転していないので、探針跡3（3a, 3b, 3c, 3d）の真ん中が座標（0, 20）に位置する。なお、探針跡3が図4（a）に示されるような位置関係になるように、探針2a, 2b, 2c, 2dの間隔が設定された場合、各探針2a, 2b, 2c, 2dは直線状に配置されているため、厳密には、交点Cenから各探針跡3（3a, 3b, 3c, 3d）への距離は異なる。具体的には、交点Cenから探針跡3a, 3dへの距離と、交点Cenから探針跡3b, 3cへの距離とは、異なる。しかし、この距離差は非常に小さく、実質的に同一抵抗率とみなすことができる。

[0045] 図4（b）は探針2a, 2b, 2c, 2dが配列された方向に、シリコン単結晶10が図4（a）から1.63° 時計回りに自転した後に抵抗率測定した結果、シリコン単結晶10の表面に形成される探針跡3を示す。この時、各探針跡3a, 3b, 3c, 3dは、初回測定時の探針跡からそれぞれ0.57mm離れた位置に形成される。

[0046] 図5（a）は探針2a, 2b, 2c, 2dが配列された方向に、シリコン単結晶10が図4（b）からさらに1.63° 時計回りに自転した後に抵抗率測定した結果、シリコン単結晶10の表面に形成される探針跡3を示す。この時、各探針跡3a, 3b, 3c, 3dは、図4（b）の探針跡からそれぞれ0.57mm離れた位置に形成される。そして、探針跡3aと3b、探針跡3bと3c、探針跡3cと3dはそれぞれ接近して形成されるが、略140μm離れており、同一箇所を繰返し測定することにはならない。

[0047] 図5（b）は探針2a, 2b, 2c, 2dが配列された方向に、シリコン

単結晶 10 が初回測定 of 図 4 (a) から 1.63° 間隔で時計回りに 24.45° 自転した結果、シリコン単結晶 10 の表面に形成される探針跡 3 a, 3 b, 3 c, 3 d を示す。図 5 (a) と同様、探針跡 3 a と 3 b、探針跡 3 b と 3 c、探針跡 3 c と 3 d はそれぞれ接近して形成されるが、略 140 μm 離れており、互いに接触しないので同一箇所を繰り返し測定することにはならない。

[0048] 図 5 (b) に示される探針跡 3 a, 3 b, 3 c, 3 d の位置関係は、探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d が円を 1 周する間、変化しない。つまり、例えば、測定位置を移動する間隔を 1.63°、円の半径 r を 20 mm に設定することにより、探針間隔 1 mm の四探針測定用プローブ 1 の探針 2 a, 2 b, 2 c, 2 d が 0.57 mm 間隔で円周を 1 周する間、探針跡 3 a, 3 b, 3 c, 3 d が重なって形成されないようにすることができる。

[0049] 言い換えると、1 回目の測定位置の方向を 0° としたとき、測定位置を回転移動する所定の回転角度の総和が少なくとも 360° 未満の範囲では、探針が測定面と接触して形成される探針跡が重ならないように、所定の回転角度、及び／又は、交点 C_{en} と前記測定位置との距離を設定することが好ましい。これは、標準サンプルのシリコン単結晶 10 として、円形のシリコン単結晶ウェーハを使用する場合には、探針がシリコン単結晶ウェーハの面内で少なくとも 1 周する間、探針跡が重なって形成されないように設定することが好ましいことを意味する。また、円形ではない例えば 1/4 ウェーハ形状などのシリコン単結晶を使用する場合には、交点 C_{en} を中心に円弧を描くように測定位置を回転移動する時の 1 巡目の回転角度の総和は 90° 未満であり、1 巡目の測定時に探針跡が重なって形成されないように設定することが好ましいことを意味する。このように測定位置の設定を行うことで、より安定して抵抗率の測定を行うことができる。

[0050] また、測定位置を回転移動する前後の測定位置の間隔は、探針跡の直径以上、4 本の探針の各探針間の間隔以下となるように、所定の回転角度を設定することが好ましい。このように設定すると、同一の標準サンプルを用いて

、より多くの測定点の測定を行うことができ、より長期間にわたって安定した測定が可能となる。上記の例では、測定位置を移動する間隔 0.57 mm は、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ 、 $2d$ がシリコン単結晶 10 の表面に接触して形成する探針跡 $3a$ 、 $3b$ 、 $3c$ 、 $3d$ の各直径 $20\text{ }\mu\text{m}$ より長く、前記探針間の間隔 1 mm より短くなるように設定されている。

[0051] シリコン単結晶 10 がシリコン単結晶ウェーハの場合、シリコン単結晶ウェーハ 10 の中心は、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ 、 $2d$ が1周する円の中心（交点 Cen ）となる。この場合、前記円の半径 r を前記シリコン単結晶ウェーハの半径の $1/2$ 以下とすると、抵抗率測定値が外周の影響を受けないので好ましい。また、前記円周の半径 r の下限值は特に限定されないが、例えば 5 mm とすることができる。

[0052] 測定位置を移動する間隔を、例えば、探針跡 $3a$ 、 $3b$ 、 $3c$ 、 $3d$ の各直径 $20\text{ }\mu\text{m}$ と同じ $20\text{ }\mu\text{m}$ にすることもできる。この場合、探針 $2d$ が先頭で右方向（時計回り）に進むとして、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ は最初の 50 回の繰返し測定の間、探針跡に接触せずに繰返し測定できるが、その後は、探針跡に接触しつつ測定することになる。そのような場合でも、円周を1周する間に探針 $2a$ が接触する探針跡は最大でも3回測定分なので、探針跡から受ける影響がほとんどない。

[0053] 一方、測定位置を移動する間隔を例えば、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ 、 $2d$ の間隔と同じ 1 mm にすることもできる。この場合、探針 $2d$ が先頭で右方向（時計回り）に進むとして、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ は初回を除き、探針跡に接触しつつ測定することになる。それでも、円周を1周する間に探針 $2a$ が接触する探針跡は最大でも3回測定分なので、探針跡から受ける影響がほとんどない。

[0054] 測定間隔を例えば、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ 、 $2d$ の間隔よりも大きくすることもできる。しかしこの場合、探針 $2a$ 、 $2b$ 、 $2c$ 、 $2d$ が円周を1周する間にできる繰返し測定の回数が少なくなってしまうため、測定間隔は小さい方が好ましい。

実施例

[0055] 以下、実施例を挙げて本発明について詳細に説明するが、これは本発明を限定するものではない。

[0056] [実施例 1]

直径 200 mm、抵抗率 12.2 Ω・cm のシリコン単結晶ウェーハ 10 を標準サンプルとして用い、探針間隔 1 mm のプローブ 1 を半径 20 mm の円周に沿うように 1° (0.35 mm) 間隔で 2 周、合計 720 回繰返し抵抗率測定した場合の測定値の経時変化を図 6 に示す。なお、探針の回転移動の角度を 1° 毎に行っているため、図 6 の横軸の数値は、移動を行った回転角度の総和であり、かつ、測定回数の合計に等しい。

[0057] 図 6 に示すように、半径 20 mm の円周に沿って探針 2a, 2b, 2c, 2d が 2 周したにも関わらず、抵抗率の経時変化のバラツキは極めて小さかった。2 周の間の抵抗率バラツキを下記式 (2) で求めると、±0.37% であった。

抵抗率バラツキ

$$= \pm (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \times 100 (\%)$$

・・・ (2)

[0058] [比較例 1]

直径 200 mm、抵抗率 14.3 Ω・cm のシリコン単結晶ウェーハ 10 を標準サンプルとして用い、探針間隔 1 mm のプローブ 1 でその中心部を繰返し抵抗率測定した場合の経時変化を図 7 に示す。図 7 の横軸の数値は、測定回数を意味する。

[0059] 図 7 に示すように、中心部を繰返し 233 回抵抗率測定した場合、その間の抵抗率バラツキを上記式 (2) で求めると、±0.84% であった。

[0060] 実施例 1 と比較例 1 の結果の比較から明らかなように、本発明に係る抵抗率測定装置の管理方法を採用した場合、測定した抵抗率の測定間のバラツキを極めて小さくすることが可能となった。

[0061] 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

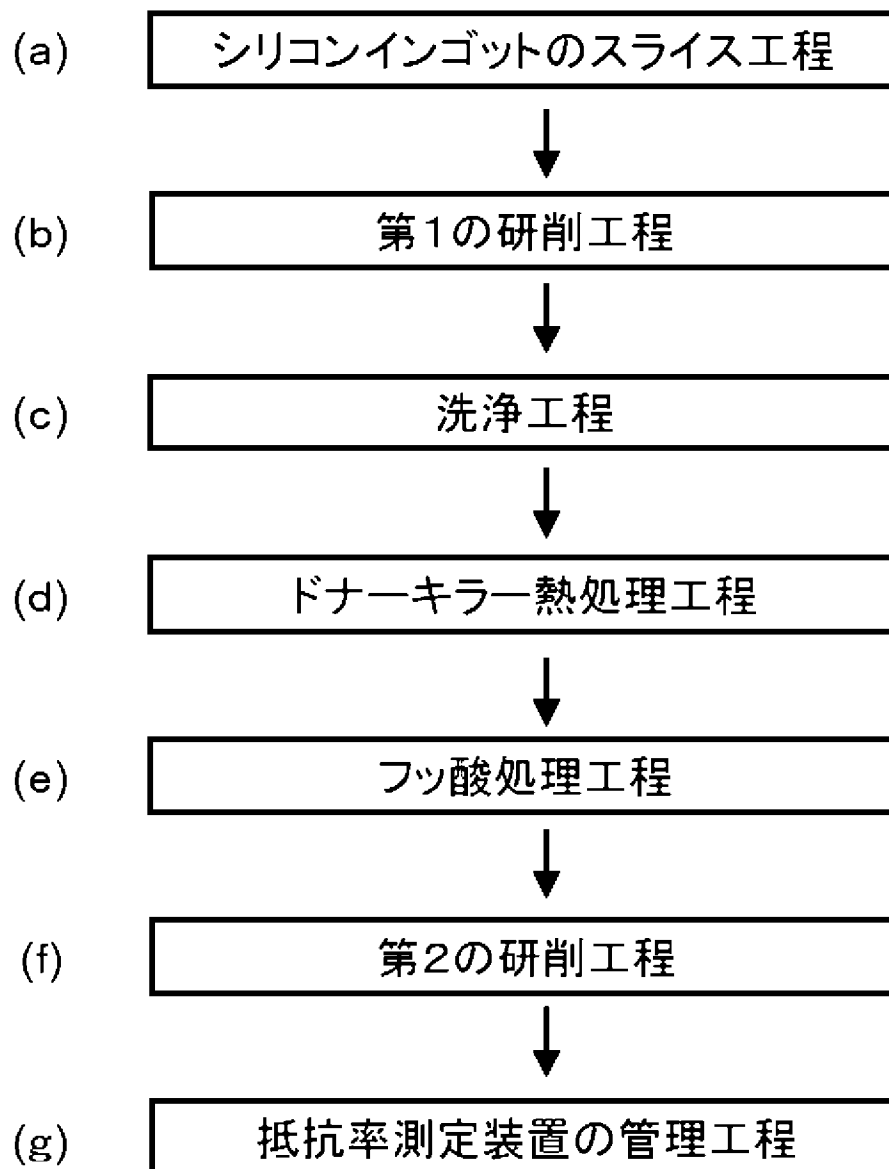
- [請求項1] シリコン単結晶からなる標準サンプルの測定面の抵抗率を四探針法により繰返し測定して抵抗率測定装置の管理を行う方法であって、
- 前記標準サンプルとして、前記測定面がシリコンインゴットの中心軸に直交する平面であり、前記測定面の面内に前記シリコンインゴットの中心軸と前記中心軸に直交する平面の交点を含む前記標準サンプルを用い、
- 前記四探針法で使用する4本の探針の配列方向が、前記交点と測定位置とを結ぶ直線に対し直交する方向となるように配置して、前記四探針法による前記抵抗率の測定を行い、
- 前記測定を行う毎に、前記交点を回転中心として所定の回転角度で前記測定位置を回転移動することを特徴とする抵抗率測定装置の管理方法。
- [請求項2] 前記回転移動の前後の前記測定位置の間隔が、抵抗率測定時に前記探針が前記測定面に接触して形成される探針跡の直径以上、前記4本の探針の各探針間の間隔以下となるように、前記所定の回転角度を設定することを特徴とする請求項1に記載の抵抗率測定装置の管理方法。
- [請求項3] 1回目の測定位置の方向を 0° としたとき、前記所定の回転角度の総和が少なくとも 360° 未満の範囲では、前記探針が前記測定面と接触して形成される探針跡が重ならないように、前記所定の回転角度、及び／又は、前記交点と前記測定位置との距離を設定することを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の抵抗率測定装置の管理方法。
- [請求項4] 前記標準サンプルとしてシリコン単結晶ウェーハを用い、該シリコン単結晶ウェーハの中心を前記回転中心とし、前記測定位置を前記シリコン単結晶ウェーハの前記中心から半径方向に半径の $1/2$ 以下の領域とすることを特徴とする請求項1から請求項3のいずれか1項に記載の抵抗率測定装置の管理方法。

[請求項5] シリコン単結晶からなる標準サンプルの測定面の抵抗率を四探針法により繰返し測定して抵抗率測定装置の管理を行う方法であって、

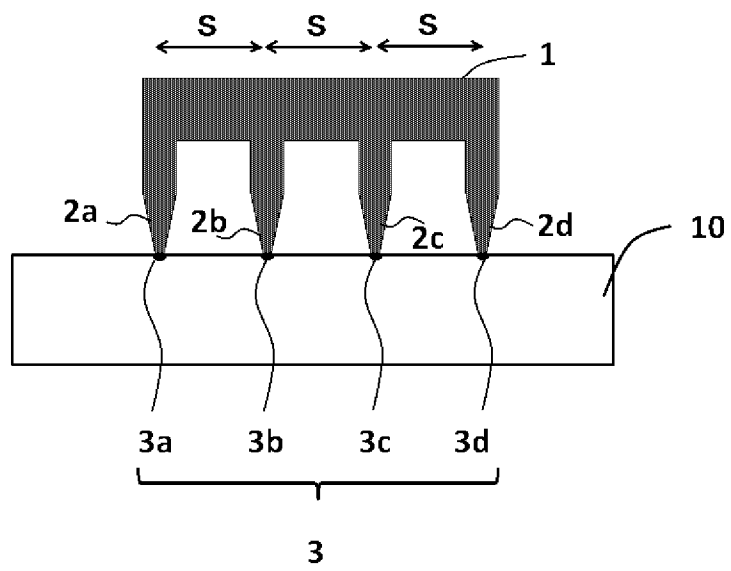
 前記四探針法で使用する4本の探針を、標準サンプルの回転方向と平行に配列して、前記四探針法による前記抵抗率の測定を行い、

 前記測定を行う毎に、所定の回転角度で前記標準サンプルの測定位置を回転移動することを特徴とする抵抗率測定装置の管理方法。

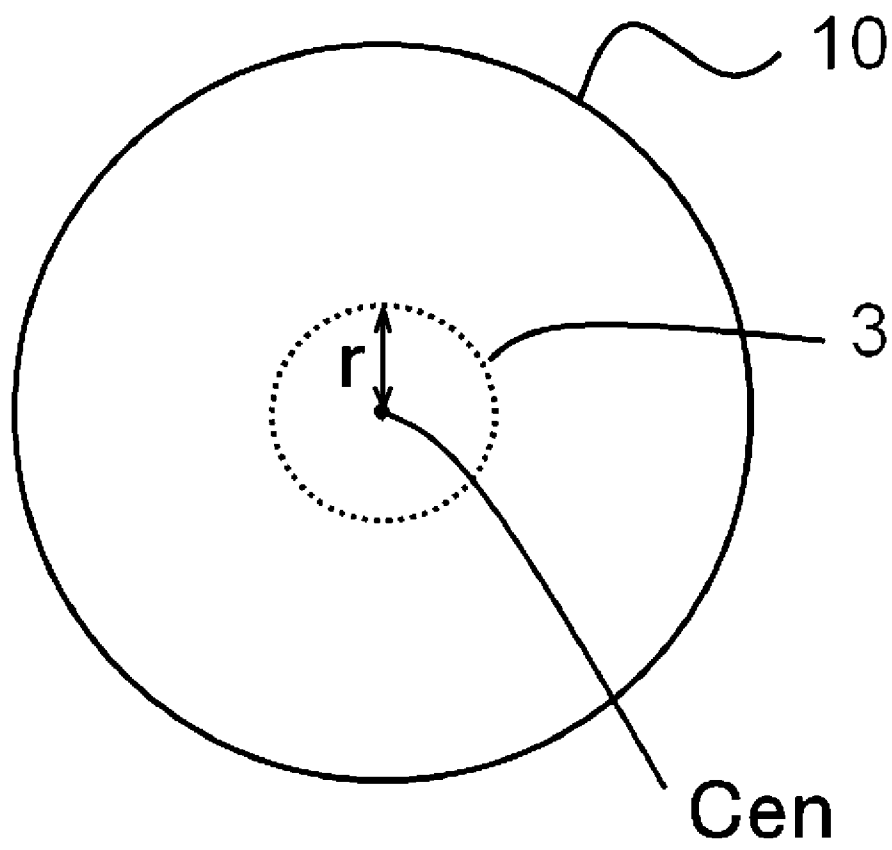
[図1]



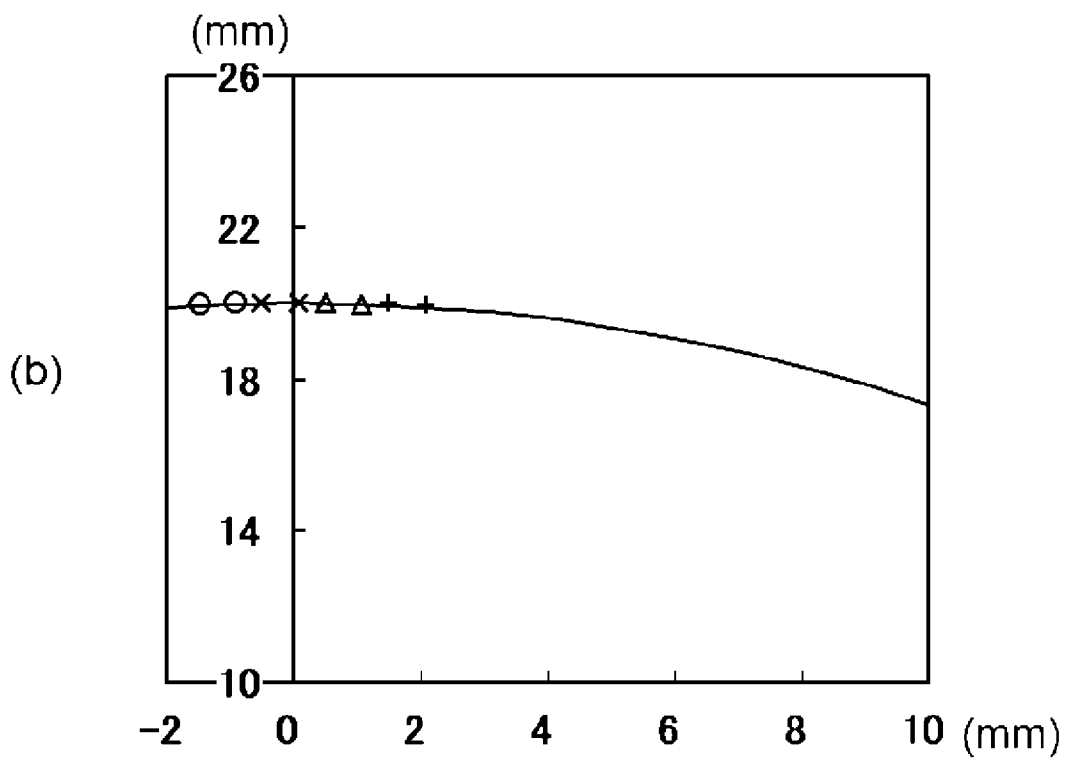
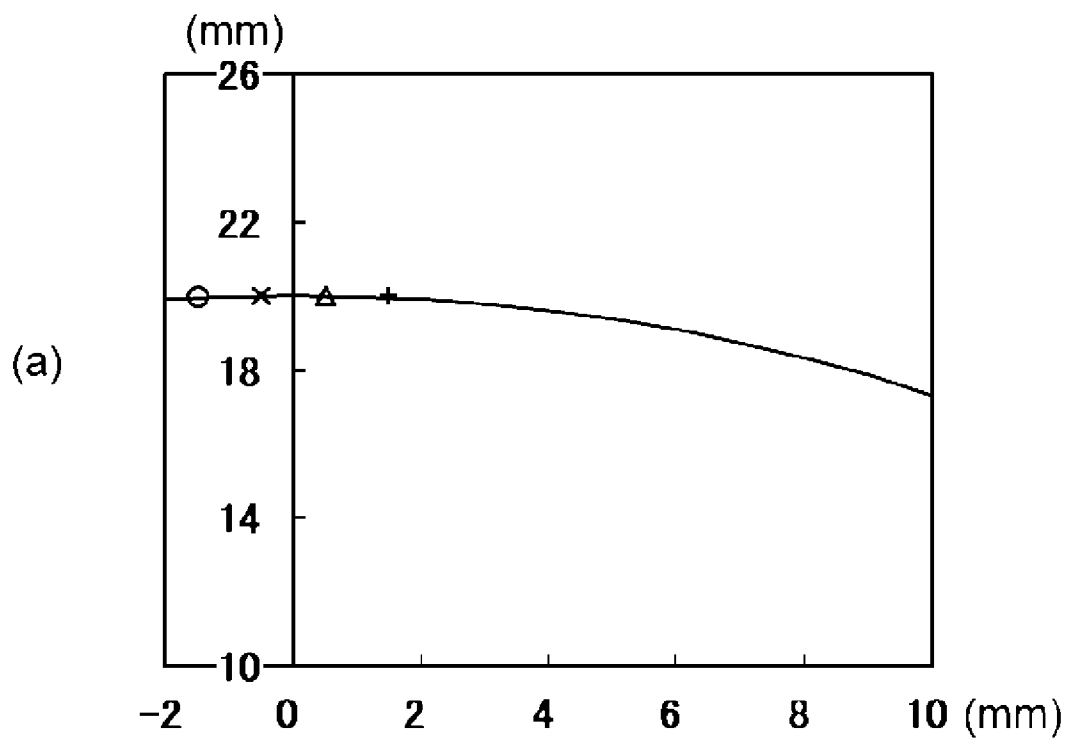
[図2]



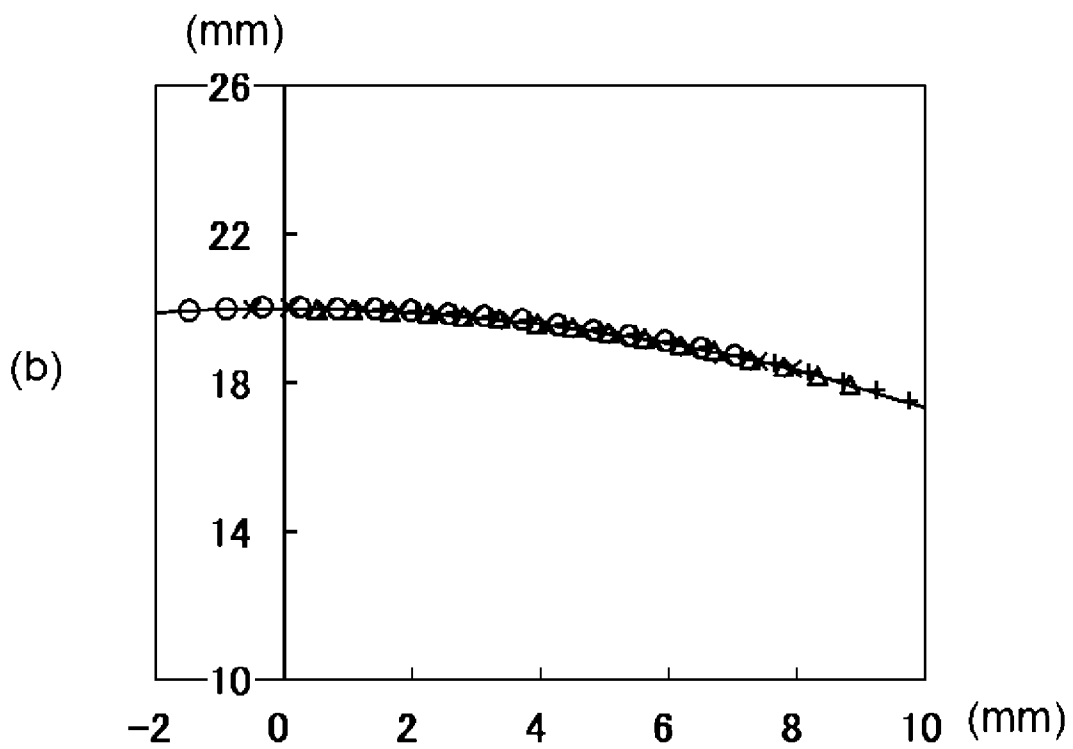
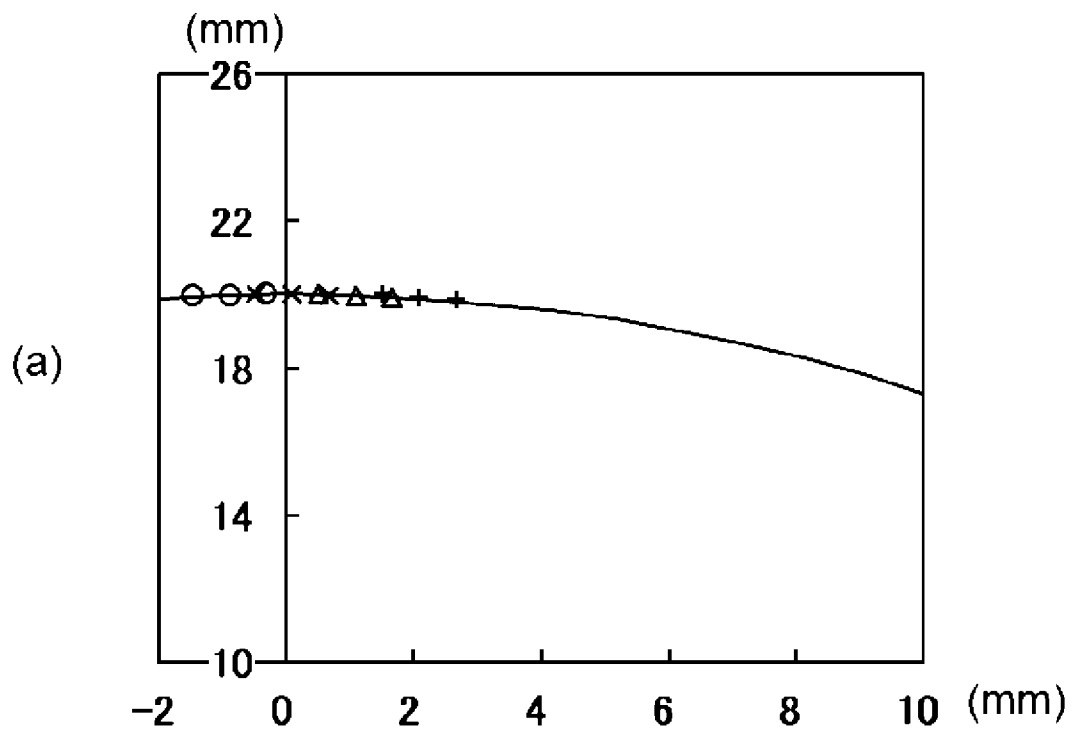
[図3]



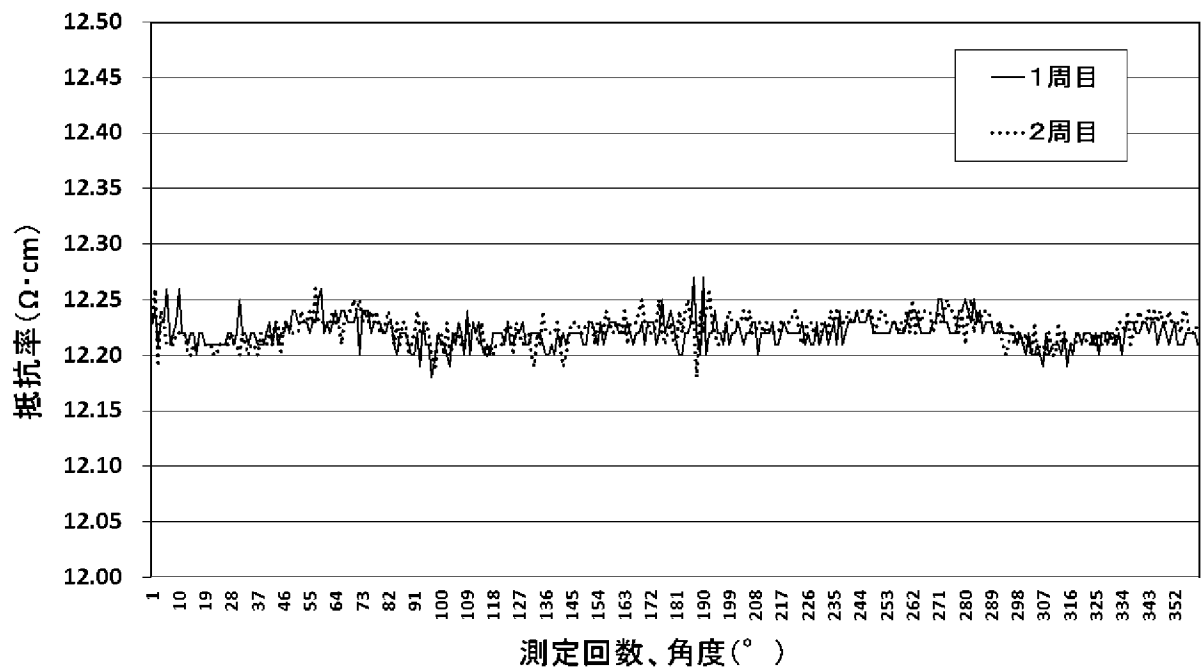
[図4]



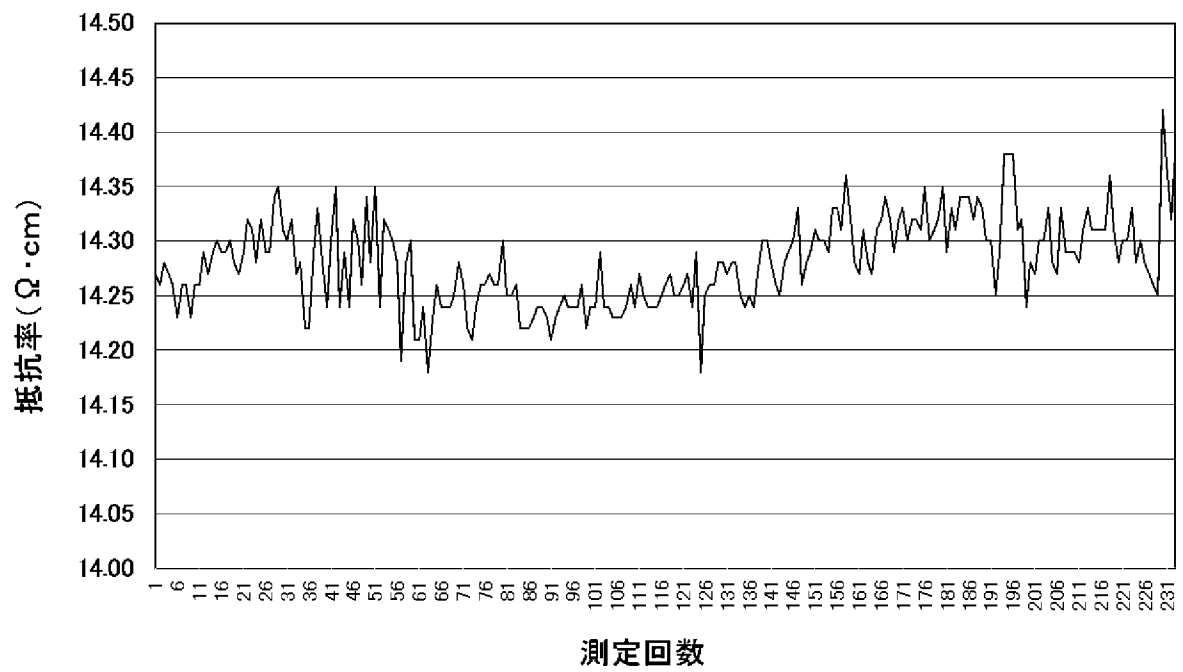
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2020/016069

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01R 27/02 (2006.01) i; H01L 21/66 (2006.01) i
FI: H01L21/66 L; G01R27/02 R

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)

G01R 27/02; 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	1971-2020
Registered utility model specifications of Japan	1996-2020
Published registered utility model applications of Japan	1994-2020

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.
X	JP 2011-211060 A (HITACHI KOKUSAI DENKI ENGINEERING CO., LTD.) 20.10.2011 (2011-10-20) paragraphs [0001], [0005], [0008]-[0009], [0017], [0037], fig. 1, 9, 11-12	1-5

☐ 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
25 June 2020 (25.06.2020)

Date of mailing of the international search report
07 July 2020 (07.07.2020)

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

Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2020/016069

Patent Documents
referred in the
ReportPublication
Date

Patent Family

Publication
Date

JP 2011-211060 A

20 Oct. 2011

(Family: none)

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） G01R 27/02(2006.01)i; H01L 21/66(2006.01)i FI: H01L21/66 L; G01R27/02 R										
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）） G01R27/02; 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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922 - 1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971 - 2020年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996 - 2020年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994 - 2020年</td> </tr> </table> 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）			日本国実用新案公報	1922 - 1996年	日本国公開実用新案公報	1971 - 2020年	日本国実用新案登録公報	1996 - 2020年	日本国登録実用新案公報	1994 - 2020年
日本国実用新案公報	1922 - 1996年									
日本国公開実用新案公報	1971 - 2020年									
日本国実用新案登録公報	1996 - 2020年									
日本国登録実用新案公報	1994 - 2020年									
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								
X	JP 2011-211060 A（株式会社日立国際電気エンジニアリング）20.10.2011（2011 - 10 - 20） 段落[0001], [0005], [0008]-[0009], [0017], [0037], 図1, 9, 11-12	1-5								
☐ 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。										
<table border="0"> <tr> <td style="vertical-align: top;"> * 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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 </td> <td style="vertical-align: top;"> “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抵触するものではなく、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 </td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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抵触するものではなく、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						
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な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抵触するものではなく、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 25.06.2020		国際調査報告の発送日 07.07.2020								
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 小池 英敏 5F 8396 電話番号 03-3581-1101 内線 3516								

国際出願番号
PCT/JP2020/016069

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 2011-211060 A	20.10.2011	(ファミリーなし)	