

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3787472号
(P3787472)

(45) 発行日 平成18年6月21日(2006.6.21)

(24) 登録日 平成18年3月31日(2006.3.31)

(51) Int. Cl.	F I
C 3 O B 29/06 (2006.01)	C 3 O B 29/06 A
H O 1 L 21/02 (2006.01)	H O 1 L 21/02 B
H O 1 L 21/322 (2006.01)	H O 1 L 21/322 Y
H O 1 L 21/66 (2006.01)	H O 1 L 21/66 N

請求項の数 4 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願平11-322242	(73) 特許権者	000190149
(22) 出願日	平成11年11月12日(1999.11.12)		信越半導体株式会社
(65) 公開番号	特開2001-139396(P2001-139396A)		東京都千代田区丸の内1丁目4番2号
(43) 公開日	平成13年5月22日(2001.5.22)	(74) 代理人	100102532
審査請求日	平成14年10月29日(2002.10.29)		弁理士 好宮 幹夫
審判番号	不服2005-2199(P2005-2199/J1)	(72) 発明者	竹野 博
審判請求日	平成17年2月9日(2005.2.9)		群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内
		(72) 発明者	重野 英樹
			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
		(72) 発明者	飯田 誠
			群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコンウエーハおよびその製造方法ならびにシリコンウエーハの評価方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

チョクラルスキー法により窒素をドーブして育成されたシリコン単結晶棒からスライスして得られたシリコンウエーハであって、該シリコンウエーハの全面が、OSFリングの内側又は外側に隣接するNV領域であり、かつ格子間酸素濃度が14ppma以下であることを特徴とするシリコンウエーハ。

【請求項2】

前記ドーブされた窒素濃度が $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15}$ 個/cm³であることを特徴とする請求項1に記載されたシリコンウエーハ。

【請求項3】

チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、引上げ速度をF[m m / m i n]とし、シリコンの融点から1400 の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値をG[/ m m]で表した時、結晶中心から結晶周辺までの距離D[m m]を横軸とし、F/G[m m² / · m i n]の値を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図のOSFリングの内側又は外側に隣接するNV領域で結晶を引き上げる場合において、窒素をドーブしながら、格子間酸素濃度が14ppma以下となるように結晶を引き上げることを特徴とするシリコンウエーハの製造方法。

【請求項4】

前記ドーブする窒素濃度を $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15}$ 個/cm³とすることを特徴とする請求項3に記載されたシリコンウエーハの製造方法。

10

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、デバイスプロセスや結晶位置に依存せずに安定に酸素析出が得られるシリコンウエーハおよびその製造方法、ならびに、引上げ条件が未知のシリコンウエーハの欠陥領域を評価する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、DRAM等の半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチヨクラルスキー法（以下、CZ法と略記することがある）で作製されたシリコン単結晶に 10
対する品質要求が高まってきている。特に、FPD、LSTD、COP等のグローニン（Grown-in）欠陥と呼ばれる欠陥が存在し、これがデバイス特性を悪化させるのでその低減が重要視されている。

【0003】

これらの欠陥を説明するに当たって、まず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（Vacancy、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インタースティシアル-シリコン（Interstitial-Si、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般的に知られていることを説明する。

【0004】

シリコン単結晶において、V-領域とは、Vacancy、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、I-領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV-領域とI-領域の間には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル領域（Neutral領域、以下N-領域と略記することがある）が存在していることになる。そして、前記グローニン欠陥（FPD、LSTD、COP等）というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

【0005】

この両点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引上げ速度（成長速度）と結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係から決まることが知られている。また、V-領域とI-領域との間のN-領域には、OSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）と呼ばれるリング状に発生する欠陥の存在が確認されている。

【0006】

これら結晶成長起因の欠陥を分類すると、例えば成長速度が0.6mm/min前後以上と比較的高速の場合には、空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD、LSTD、COP等のグローニン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV-リッチ領域と呼ばれている。また、成長速度が0.6mm/min以下の場合は、成長速度の低下に伴い、上記したOSFリングが結晶の周辺から発生し、このリングの外側に転位ループ起因と考えられているL/D（Large Dislocation：格子間転位ループの略号、LSEPD、LFPD等）の欠陥が低密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はI-リッチ領域と呼ばれている。さらに、成長速度を0.4mm/min前後以下に低速にすると、OSFリングがウエーハの中心に凝集して消滅し、全面がI-リッチ領域となる。

【0007】

また、最近V-リッチ領域とI-リッチ領域の間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD、LSTD、COPも、転位ループ起因のLSEPD、LFPDも、さらにはOSFも存在しないN-領域の存在が発見されている。この領域はOSFリングの外側にあり、そして、酸素析出熱処理を施し、X-ray観察等で析出のコントラストを確認した場 50

合に、酸素析出がほとんどなく、かつ、LSEPD、LFPDが形成されるほどリッチではないI - リッチ領域側である。さらに、OSFリングの内側にも、空孔起因の欠陥も、転位ループ起因の欠陥も存在せず、OSFも存在しないN - 領域の存在が確認されている。

【0008】

これらのN - 領域は、通常の方法では、成長速度を下げた時に成長軸方向に対して斜めに存在するため、ウエー八面内では一部分にしか存在しなかった。

このN - 領域について、ポロンコフ理論(V. V. Voronkov; Journal of Crystal Growth, 59 (1982) 625 ~ 643)では、引上げ速度(F)と結晶固液界面軸方向温度勾配(G)の比であるF/Gというパラメータが点欠陥のトータルな濃度を決定すると唱えている。このことから考えると、面内で引上げ速度は一定のはずであるから、面内でGが分布を持つために、例えば、ある引上げ速度では中心がV - リッチ領域でN - 領域を挟んで周辺でI - リッチ領域となるような結晶しか得られなかった。

10

【0009】

そこで最近、面内のGの分布を改良して、この斜めでしか存在しなかったN - 領域を、例えば、引上げ速度Fを徐々に下げながら引上げた時に、ある引上げ速度でN - 領域が横全面に広がった結晶が製造できるようになった。また、この全面N - 領域の結晶を長さ方向へ拡大するには、このN - 領域が横に広がった時の引上げ速度を維持して引上げればある程度達成できる。また、結晶が成長するに従ってGが変化することを考慮し、それを補正して、あくまでもF/Gが一定になるように、引上げ速度を調節すれば、それなりに成長方向にも、全面N - 領域となる結晶が拡大できるようになった。

20

【0010】

このN - 領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するNV領域(空孔の多い領域)とI - リッチ領域に隣接するNI領域(格子間シリコンが多い領域)とがあることがわかっている。

【0011】

さらに、CZ法シリコン基板では、このようなグローンイン欠陥を低減する重要性のほか、重金属不純物に対するインターナルゲッターリング効果の観点から、酸素析出の制御が益々重要になってきている。しかし、酸素析出は熱処理条件に強く依存するために、ユーザー毎に異なるデバイスプロセスにおいて、適切な酸素析出を得ることは極めて難しい問題である。さらに、ウエー八はデバイス工程のみでは無く、結晶引上げ工程で融点から室温まで冷却される熱処理(結晶熱履歴)を受けている。従って、アズ - グロウン(as grown)結晶中には結晶熱履歴で形成された酸素析出核(グローンイン析出核)が既に存在している。このグローンイン析出核の存在が酸素析出の制御をさらに難しくしている。

30

【0012】

デバイス工程中での酸素析出過程は2種類に分類できる。1つは、デバイス工程の初段熱処理で残存したグローンイン析出核が成長する過程である。他の1つは、デバイス工程中に核発生して、その核が成長する過程である。後者の場合は酸素濃度に強く依存するので、酸素濃度の制御により酸素析出を制御できる。一方、前者の場合は、グローンイン析出核の熱的安定性(プロセス初段の温度においてどの程度の密度で残存できるか)が重要なポイントとなる。

40

【0013】

例えば、グローンイン析出核が高密度であってもサイズが小さい場合には、熱的に不安定となりデバイス工程の初段熱処理で消滅してしまうために酸素析出を確保できない。ここでの問題は、グローンイン析出核の熱的安定性は結晶熱履歴に強く依存するために、初期酸素濃度が同一のウエー八でも、結晶引上げ条件や結晶軸方向の位置によって、デバイス工程での酸素析出挙動が大きくばらつくことである。従って、デバイス工程での酸素析出を制御するためには、酸素濃度のみでなく、結晶熱履歴を制御することによりグローンイ

50

ン析出核の熱的安定性を制御することが重要となる。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

前記したグローンイン欠陥を低減する技術は現在開発が進んでいるが、このような方法で作製された低欠陥結晶は、グローンイン欠陥を低減するために結晶熱履歴を制御している。このことにより、グローンイン析出核の熱的安定性も変化していると考えられる。しかし、どの程度変化しているかは全くわかっていない。

従って、このような低欠陥結晶のデバイス工程での酸素析出挙動は大きくばらつくことが予想され、結果としてデバイスの歩留まりの低下を招いている。

【0015】

また、欠陥領域が未知のウエーハの場合、そのウエーハがどの欠陥領域から作製されたものであるかを判断する方法が確立していなかったため、デバイス工程でどのような酸素析出挙動を示すのかを予測することが困難であった。

【0016】

本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、結晶位置やデバイスプロセスに依存せずに安定に酸素析出が得られるシリコンウエーハおよびその製造方法を提供することを目的とする。また、本発明の他の目的は、引上げ条件が未知で欠陥領域が不明のシリコンウエーハの欠陥領域を評価する方法を提供することにある。

【0017】

【課題を解決するための手段】

本発明は、前記目的を達成するためになされたもので、本発明は、シリコンウエーハの全面が、NV領域、OSFリング領域を含むNV領域、OSFリング領域のいずれかであり、かつ格子間酸素濃度が14ppma（日本電子工業振興協会（JEIDA）規格）以下であることを特徴とするシリコンウエーハである。

【0018】

このようにシリコンウエーハの全面がNV領域または全面がOSFリング領域あるいはこれらが混在した領域であれば、熱的に安定な大きいグローンイン析出核が適度に存在するため、デバイスプロセスが異なっても酸素析出のバラツキが少なく、安定してBMD（Bulk Micro Defectと呼ばれる酸素析出物）を得ることができる。また、格子間酸素濃度が14ppma以下であれば、小さいグローンイン析出核の密度が低いので、酸素析出物の結晶位置によるバラツキを低減したシリコンウエーハとなる。

【0019】

そして、本発明は、チョクラルスキー法により窒素をドーブして育成されたシリコン単結晶棒からスライスして得られたシリコンウエーハであって、該シリコンウエーハの全面が、NV領域、OSFリング領域を含むNV領域、OSFリング領域のいずれかであることを特徴とするシリコンウエーハである。

【0020】

このように、窒素がドーブされたシリコンウエーハであり、かつ全面がNV領域またはOSFリング領域あるいはこれらが混在した領域であれば、熱的に安定な大きいグローンイン析出核が高密度で得られるので、デバイスプロセスにおいて十分なゲッターリング効果の得られるシリコンウエーハとなる。

【0021】

さらに、前記ドーブされた窒素濃度が $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15}$ 個/cm³であることを特徴とするシリコンウエーハである。

すなわち、窒素ドーブの効果により極めて高密度のBMDを得るためには少なくとも 1×10^{10} 個/cm³以上の窒素濃度が必要であることと、 5×10^{15} 個/cm³以上ではCZ法で単結晶棒を引き上げる際に、単結晶化の妨げとなる可能性があるからである。

【0022】

また、窒素ドーブしたウエーハの場合においても、格子間酸素濃度が14ppma以下であれば小さいグローンイン析出核の密度が低いので、結晶位置による酸素析出物のバラ

10

20

30

40

50

ツキを低減することができる。

【0023】

次に、本発明は、チョコラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、引上げ速度を F [mm/min] とし、シリコンの融点から 1400 の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G [/mm] で表した時、結晶中心から結晶周辺までの距離 D [mm] を横軸とし、 F/G [mm² / ·min] の値を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図の NV 領域または OSF リング領域内で結晶を引き上げる場合において、格子間酸素濃度が 14 ppma 以下となるように結晶を引き上げることを特徴とするシリコンウエーハの製造方法である。

【0024】

このように、実験・調査の結果を解析して求めた図 8 の欠陥分布図を元に、V - リッチ領域と NV 領域の境界線ならびに NV 領域と NI 領域の境界線で囲繞された領域内に収まるように、結晶の引上げ速度 F とシリコンの融点から 1400 の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G を制御して結晶を引上げれば、育成された単結晶棒をスライスして得られたシリコンウエーハの全面を、NV 領域、OSF リング領域を含む NV 領域、OSF リング領域のいずれかにすることができ、これとともに格子間酸素濃度を 14 ppma 以下に制御して結晶を引き上げることができる。

従って、このような領域であれば、熱的に安定な大きいグローンイン析出核が適度に存在するため、デバイスプロセスが異なっても酸素析出のバラツキが少なく、安定して BMD を得ることができる。また、格子間酸素濃度を 14 ppma 以下とするので小さいグローンイン析出核の密度を低くすることができ、結晶位置による酸素析出物のバラツキを低減することができる。

【0025】

そして、本発明は、チョコラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、引上げ速度を F [mm/min] とし、シリコンの融点から 1400 の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G [/mm] で表した時、結晶中心から結晶周辺までの距離 D [mm] を横軸とし、 F/G [mm² / ·min] の値を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図の NV 領域または OSF リング領域内で結晶を引き上げる場合において、窒素をドーブしながら結晶を引き上げることを特徴とするシリコンウエーハの製造方法である。

【0026】

このような条件で結晶を引上げれば、育成された単結晶棒をスライスして得られたシリコンウエーハに窒素がドーブされているとともに、全面を、NV 領域、OSF リング領域を含む NV 領域、OSF リング領域のいずれかにすることができる。

このように、窒素がドーブされたシリコンウエーハであり、かつ全面が NV 領域または OSF リング領域あるいはこれらが混在した領域であれば、熱的に安定な大きいグローンイン析出核が高密度で得られるので、デバイスプロセスにおいて十分なゲッターリング効果の得られるウエーハを製造することができる。

【0027】

この場合、前記ドーブする窒素濃度を $1 \times 10^{10} \sim 5 \times 10^{15}$ 個 / cm³ とすることができる。

さらにこの場合、前記 CZ 法によって結晶を育成する際に、格子間酸素濃度が 14 ppma 以下となるように結晶を引き上げることができる。

【0028】

このように、窒素ドーブにより極めて高密度の BMD を得るためには 1×10^{10} 個 / cm³ 以上の窒素濃度が必要であり、 5×10^{15} 個 / cm³ を超えると CZ 法で単結晶棒を引き上げる際に、単結晶化の妨げとなる可能性があるので 5×10^{15} 個 / cm³ 以下とするのが好ましい。

また、窒素ドーブする場合にも、格子間酸素濃度が 14 ppma 以下であれば小さいグローンイン析出核の密度が低いので、結晶位置による酸素析出物のバラツキを低減すること

10

20

30

40

50

ができる。

【0029】

そして本発明は、CZ法により作製されたシリコンウエーハの欠陥領域の評価方法であって、下記の工程により測定した少なくとも2つの酸素析出物密度を比較することにより評価対象であるシリコンウエーハの欠陥領域を評価する方法である。

- (1) 評価対象であるウエーハを2枚以上のウエーハ片(A、B、・・・)に分割する。
- (2) 分割されたウエーハのウエーハ片Aを600～900の温度範囲から選択した温度T1[]で保持された熱処理炉内に投入する。
- (3) T1[]から昇温速度t[/min]で1000以上の温度T2[]まで昇温し、ウエーハ片Aの中の酸素析出物が検出可能なサイズに成長するまで保持する(ただし、t 3 /min)。
- (4) ウエーハ片Aを熱処理炉より取り出し、ウエーハ内部の酸素析出物密度を測定する。
- (5) 分割されたウエーハの別のウエーハ片Bを800～1100の温度範囲から選択した温度T3[]で保持された熱処理炉内に投入する(ただし、T1<T3<T2とする)。
- (6) T3[]から前記昇温速度t[/min]で前記T2[]まで昇温してウエーハ中の酸素析出物が検出可能なサイズに成長するまで保持する。
- (7) ウエーハ片Bを熱処理炉より取り出し、ウエーハ内部の酸素析出物密度を測定する。

10

20

【0030】

従来、欠陥領域が未知のウエーハの場合、そのウエーハがどの欠陥領域から作製されたものであるかを判断する方法が確立していなかったため、デバイス工程でどのような酸素析出挙動を示すのかを予測することが困難であったが、上記欠陥領域の評価方法によれば、引上げ条件が未知で欠陥領域が不明のシリコンウエーハの欠陥領域を評価することができ、併せてデバイス工程における酸素析出挙動を予測することが可能となった。

【0031】

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

本発明者らは、以下の実験を行うことにより、グローニン析出核の熱的安定性を調査した。

30

まず、異なる欠陥領域を有する数種類のウエーハを用意し、これらのウエーハに次の様な熱処理を施した。

ウエーハをT (T = 700、800、900、1000)に設定した炉内に挿入した後、T から1050 まで1.5 /minの速度で昇温して、1050 で4時間保持した。この熱処理では、遅い速度の昇温によりT 以上で安定なグローニン析出核を1050 で消滅しないサイズまで成長させて、さらに1050 で4時間保持することにより既存の評価方法で検出可能なサイズまで成長させる。

【0032】

重要な点は、昇温速度の最適化によりグローニン析出核を十分に成長させ、かつ熱処理工程で新たな析出核を発生させない条件になっていることである。従って、この熱処理後の酸素析出物(BMD: Bulk Micro Defect)密度はT 以上で安定なグローニン析出核密度を示すことになる。熱処理後のBMD密度は赤外線散乱トモグラフィ法(LST)で測定した。測定位置はエッジから10mm入ったところから10mm間隔で中心部まで、深さは表面から約50μm～180μmの領域である。

40

【0033】

以上のような実験の結果、グローニン析出核の熱的安定性は、OSFリングを指標とした欠陥領域(リング内側、リング上、リング外側)、酸素濃度、結晶軸方向位置に影響されることがわかった。以下にその結果を示す。

【0034】

- (1) グローニン析出核と欠陥領域との関係

50

熱処理開始温度 T と BMD 密度との関係を図 1 に示す。記号の塗潰しは低酸素品 (12 - 14 ppm a) を、白抜きは高酸素品 (15 ~ 17 ppm a) を示している。尚、記号の形状の違いは、ウエーハの種類 (結晶引上げ条件) の違いを示しているが、これらの違いはここでは議論しないものとする。

グラフの見方としては、例えば 700 で BMD 密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ である場合、700 で残存可能なグローンイン析出核の密度が $1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ であることを示している。理論的に、温度が高くなるとその温度で残存できる析出核のサイズ (臨界サイズ) が大きくなる。高温で残存可能な大きい析出核は低温でも残存できる。従って、700 での BMD 密度は、700 以上の温度で残存可能な全ての析出核の密度となる。

【0035】

(1-1) OSFリング内側領域 (V-リッチ領域)

図 1 (a) は OSFリング内側での結果を示している。熱処理開始温度が高いほど BMD 密度が低くなっている。つまり、析出核のサイズが大きいほどその密度が低くなっている。特に、900 以上では $10^6 / \text{cm}^3$ オーダー以下となり極めて低い。このことから、OSFリングの内側領域では、熱的に安定な比較的大きいグローンイン析出核の密度が極めて低いことがわかる。また、温度依存性が強いことから、デバイスプロセス条件 (初段熱処理温度) が異なると BMD 密度が大きく異なることが推測される。

【0036】

(1-2) OSFリング上と NV 領域

OSFリング上と NV 領域での結果をそれぞれ図 1 (b) と (c) に示す。両者はほぼ同じ傾向を示した。OSFリング内側と比較して、900 以上での BMD 密度が明らかに高くなっていることがわかる。つまり、熱的に安定な析出核密度が高くなっている。温度依存性が弱くなっていることから、デバイスプロセス条件が異なっても BMD 密度は大きく変化しないことがわかる。OSFリング上と NV 領域には、高温酸化で OSF が発生するか否かの大きな違いがある。この違いは 1000 よりも高い温度で安定な析出核密度の違いに起因していると考えられる。

【0037】

(1-3) NI と I-リッチ領域

NI と I-リッチ領域での結果を図 1 (d) に示す。データ数が少ないが、傾向は OSFリング内側の場合とほぼ同じである。

【0038】

以上の結果から、例えば開始温度が 800 と 1000 の熱処理における BMD 密度を測定すれば、そのウエーハがどの欠陥領域になっているか判断できることがわかった。

【0039】

(2) 酸素濃度依存性

(2-1) 結晶位置の影響を考慮した場合

BMD 密度の酸素濃度依存性を図 2 に示す。記号の違い (丸、三角、四角) は結晶位置の違いを示しており、それぞれ結晶肩から 0 ~ 40 cm、40 ~ 80 cm、80 cm ~ で分類した。

図 2 (a) では、700 での BMD 密度と 800 での BMD 密度との差を示している。この差は、700 では残存できるが 800 では残存できないグローンイン析出核、つまり極めて小さい析出核のみの密度を示している。この結果から、小さい析出核の密度の酸素濃度依存性は強く、酸素濃度が低くなると密度が減少することがわかる。また、結晶位置依存性もあり、結晶肩から 80 cm 以上の位置で密度が減少していることがわかる。

【0040】

図 2 (b) に示したように、800 ~ 900 で安定な析出核の密度においても酸素濃度依存性がみられるが、結晶位置の影響は明確に現れていない。

一方、図 2 (c)、(d) に示したように、900 ~ 1000 及び 1000 以上で安定な大きい析出核のみの密度においては、酸素濃度依存性や結晶位置依存性がほとんどな

10

20

30

40

50

いことがわかる。

【 0 0 4 1 】

(2 - 2) 欠陥領域の影響を考慮した場合

BMD密度の酸素濃度依存性において欠陥領域の影響を考慮した結果を図3に示す。欠陥領域間の境界付近のデータは省いた。欠陥領域の影響は温度領域が高くなるほど、つまり析出核サイズが大きくなるほど明確に現れている。図3(c)、(d)に示したように、900~1000 及び1000 以上で安定な大きい析出核の密度は、OSFリング上とNV領域で明らかに高くなっている。但し、酸素濃度依存性はほとんどない。

【 0 0 4 2 】

(2 - 1) と (2 - 2) の結果を合わせると次のことがわかる。

比較的小さなグローンイン析出核の密度は、酸素濃度と結晶位置に強く依存するが、欠陥領域の影響は受けにくい。一方、高温で安定な大きいグローンイン析出核の密度は、酸素濃度や結晶位置にはほとんど依存しないが、欠陥領域に強く依存する。

【 0 0 4 3 】

(3) 酸素析出の面内均一性

上述したように、グローンイン析出核の熱的安定性はOSFリングを指標とした欠陥領域に強く依存することがわかった。従って、複数の欠陥領域を含んでいるウエーハでは、酸素析出の面内均一性が悪くなることが容易に想像できる。その結果を図4及び図5に示す。

【 0 0 4 4 】

(3 - 1) 高酸素品の場合

高酸素品(15~17ppma)での結果を図4に示す。記号の違いは熱処理開始温度の違いを示している。複数の欠陥領域を含んでいるウエーハ(図4(c)~(f))では、温度が高い場合にBMD密度の面内均一性が悪くなっている。これは、(2)で述べたように高温で安定な大きいグローンイン析出核の密度が欠陥領域の影響を強く受けるためである。但し、温度が低くなると面内均一性は良くなる。これは、小さいグローンイン析出核の密度は、欠陥領域の影響をほとんど受けず酸素濃度に強く依存しているためである。この結果からデバイスプロセスの影響を考えると、初段温度が低い低温プロセス(700~800)ではBMD密度の面内均一性は悪くならないが、初段温度が高い高温プロセス(~900)では面内均一性が悪くなると推測される。このことは従来の低欠陥結晶での問題点になると考えられる。

【 0 0 4 5 】

(3 - 2) 低酸素品の場合

図5に低酸素品(12~14ppma)での結果を示す。高酸素品と比較すると低酸素品では、熱処理開始温度が低温でもBMD密度の面内分布が悪くなっている。これは、酸素濃度が低い場合には小さい析出核の密度が減少することにより、何れの温度においても欠陥領域の影響を強く受ける大きい析出核が支配的になってしまうためである。この結果から、低酸素品では何れのデバイスプロセスにおいてもBMD密度の面内均一性が悪くなることが示唆される。

【 0 0 4 6 】

本発明者は、以上の(1)~(3)により得られた知見を踏まえた上で鋭意検討を重ね、高温プロセスから低温プロセスまで全てのデバイスプロセスにおいて、安定にBMD密度を得る方法について下記の考察を加え本発明に想到したものである。以下の考察に関わる概念図を図6に示す。

【 0 0 4 7 】

< 考察1 > 結晶位置によるBMD密度のバラツキを低減する方法

酸素析出制御における大きな問題点は、結晶位置によるバラツキが大きいことである。今回の実験において、結晶位置の影響は700~800 で安定な小さい析出核の密度に対して顕著であることがわかった。この析出核は結晶熱履歴の700 以下の温度帯で形成されると考えられる。つまり、結晶位置によるバラツキを低減するためには、700 以

10

20

30

40

50

下の熱履歴を結晶のトップ部（肩部側（K側））とボトム部（尾部側（P側））で同じにすれば良いことになるが、これは極めて困難である。そこで、密度を低くすれば結晶位置のバラツキが低減すると考える。図2の結果から、小さい析出核の密度を低くするためには、酸素濃度を14ppma以下にする必要がある。14ppmaを超えると本発明の目的である結晶位置によるバラツキを低減することができなくなる。この酸素析出の結晶位置依存性をなくそうという発想は、窒素ドープの場合にも適用され、酸素濃度を14ppma以下にすればよい。

【0048】

<考察2> 熱的に安定なグローンイン析出核を形成する方法

デバイスプロセスが異なっても安定してBMDを得るためには、熱的に安定な大きい析出核が必要となる。大きい析出核の密度は欠陥領域に強く依存し、OSFリング上とNV領域で高くなる。ただし、OSFリング上では高温プロセスの場合にOSFが発生する可能性があるから、最適な領域はNV領域であると考えられる。

10

【0049】

考察1と合わせて、結晶位置やデバイスプロセスに依存せずに安定にBMDが得られるウエーハは、酸素濃度が14ppma以下で、かつ全面がNV領域（または全面がOSFリング領域を含むNV領域、或いは全面がOSFリング領域）となるウエーハであると言える。但し、従来のNV領域では析出核密度が $10^7 / \text{cm}^3$ オーダーであり必ずしも十分とは言えない。

【0050】

<考察3> NV領域での析出核密度を増加させる方法

図3に示したように、熱的に安定な大きい析出核の密度は酸素濃度にほとんど依存しないことから、高酸素化による密度の増加は期待できない。

ここで、NV領域において安定な析出核が形成されるメカニズムを考える。図7にその概念図を示す。結晶引上げ条件：F/G（F：引上げ速度，G：成長界面近傍での温度勾配）の制御により、NV領域では空孔の過飽和度が減少してポイドの形成が抑制されている。このことにより、ポイド形成温度帯より低い温度においては、ポイドが形成された領域よりもNV領域の方が空孔過剰となる。過剰空孔により比較的高温での酸素析出核形成が促進される現象は、種々の実験により確認されている。つまり、NV領域では過剰空孔により高温（1000～750程度の範囲であると思われる）での析出核形成が促進されていると考えられる。高温で核が形成された場合は、その後の冷却過程で十分成長できるので、熱的に安定な大きいサイズの析出核となる。

20

30

【0051】

上述したメカニズムに基づけば、空孔濃度を高くすることにより熱的に安定な析出核の密度が増加することになる。しかし、空孔濃度が高くなるとポイド形成が促進されるので、結果として析出核形成に寄与する空孔濃度が低下してしまう。従って、空孔濃度が高くてもその凝集が抑制できる何らかの方法が必要となる。

【0052】

そこで、窒素をドープすることを発想した。図6にも示したが、窒素ドープを行えば、空孔の凝集が抑制され残存した過剰空孔が高温での析出核形成を促進して、結果的には熱的に安定な析出核の密度が増加することになる。但し、OSFリング内側領域は微小COP（微小ポイド欠陥）の多発によりデバイス特性を悪化させるので使用できない。従って、窒素ドープ結晶のNV領域が好ましく、デバイスプロセスに依存せずに安定な酸素析出物が得られるという効果がある。

40

【0053】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。

まず、本発明で使用するCZ法による単結晶引上げ装置の構成例を図9により説明する。

図9に示すように、この単結晶引上げ装置30は、引上げ室31と、引上げ室31中に設けられたルツボ32と、ルツボ32の周囲に配置されたヒータ34と、ルツボ32を回転

50

させるルツボ保持軸 33 及びその回転機構（図示せず）と、シリコンの種結晶 5 を保持するシードチャック 6 と、シードチャック 6 を引上げるワイヤ 7 と、ワイヤ 7 を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ 32 は、その内側のシリコン融液（湯）2 を收容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ 34 の外側周囲には断熱材 35 が配置されている。

【0054】

また、本発明の製造方法に関わる製造条件を設定するために、結晶 1 の固液界面 4 の外周に環状の固液界面断熱材 8 を設け、その上に上部囲繞断熱材 9 が配置されている。この固液界面断熱材 8 は、その下端とシリコン融液 2 の湯面 3 との間に 3 ~ 5 cm の隙間 10 を設けて設置されている。上部囲繞断熱材 9 は条件によっては使用しないこともある。さら

10

に、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する不図示の筒状の冷却装置を設けてもよい。

別に、最近では引上げ室 31 の水平方向の外側に、図示しない磁石を設置し、シリコン融液 2 に水平方向あるいは垂直方向等の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかる、いわゆる MCZ 法が用いられることも多い。

【0055】

次に、上記の単結晶引上げ装置 30 による単結晶育成方法の一例として窒素ドープ単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ 32 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1420 °C）以上に加熱して融解する。この時、窒素をドープするために、例えば窒化膜付きシリコンウエーハを投入しておく。次に、ワイヤ 7 を巻き出すことにより融液 2

20

【0056】

この場合、本発明では、結晶内の温度勾配を制御するために、図 9 に示したように、前記固液界面断熱材 8 の下端とシリコン融液 2 の湯面 3 との間隙 10 の間隔を調整するとともに、引上げ室 31 の湯面上の単結晶棒 1 中の液状部分の外周空間において、湯面近傍の結晶の温度が例えば 1420 から 1400 までの温度域に環状の固液界面断熱材 8 を設け、その上に上部囲繞断熱材 9 を配置するようにしている。さらに、必要に応じてこの断熱材の上部に結晶を冷却する装置を設けて、これに上部より冷却ガスを吹きつけて結晶を冷却できるものとし、筒下部に輻射熱反射板を取り付けて制御するようにしてもよい。

30

【0057】

【実施例】

以下、本発明の具体的な実施の形態を実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

（実施例 1）

CZ 法により、直径 24 インチの石英ルツボに原料多結晶シリコンをチャージし、全面が NV 領域となる領域を有する単結晶棒が形成されるように F/G を制御しながら、直径 8

40

【0058】

なお、窒素ドープウエーハは、原料多結晶中への窒素投入量と、窒素の偏析係数より算出した窒素濃度が 1×10^{14} 個 / cm^3 となる位置からスライスしてウエーハに加工したも

50

のである。

【0059】

これらのウエーハに対して、デバイスプロセスにおける初段熱処理の代わりに、1000に設定した炉内に挿入した後、1000から1050まで1.5/minの速度で昇温して、1050で4時間保持する熱処理を行った。そして、熱処理後のBMD密度を赤外線散乱トモグラフィ法(LST)によりそれぞれ測定した。測定位置はエッジから10mm入ったところから10mm間隔で中心部まで、深さは表面から約50~180μmの領域である。

【0060】

その結果、BMD密度は、窒素ドープウエーハが $3 \times 10^9 \sim 8 \times 10^9$ 個/cm³であり、窒素ノンドープウエーハが $2 \times 10^7 \sim 5 \times 10^7$ 個/cm³であった。従って、デバイスプロセスの初段に比較的高温の熱処理を行ったとしても、いずれのウエーハとも、面内均一性に優れた相当量のBMD密度を有することがわかった。すなわちこれは、両ウエーハ共に、高温で安定なサイズの大きなグローンイン酸素析出核が面内均一に形成されていることを示している。また、窒素ドープウエーハの場合はかなり高密度のBMDが得られ、極めてゲッタリング効果が高いものであることがわかった。

【0061】

(実施例2)

欠陥領域が未知のウエーハを2分割し、1片を800に設定した炉内に挿入した後、800から1050まで1.5/minの速度で昇温して、1050で4時間保持し、析出核を検出可能なサイズまで成長させた。

同様に残りの1片を1000に設定した炉内に挿入した後、1000から1050まで1.5/minの速度で昇温して、1050で4時間保持し析出核を検出可能なサイズまで成長させた。

【0062】

そして、熱処理後のBMD密度を赤外線散乱トモグラフィ法(LST)によりそれぞれ測定した。測定位置はエッジから10mm入ったところから10mm間隔で中心部まで、深さは表面から約50~180μmの領域である。

【0063】

BMD密度は、800から昇温したものは 1×10^9 個/cm³で、1000から昇温したものは 3×10^6 個/cm³であった。すなわち、800と1000でBMD密度の差が2桁以上あることから、このウエーハの欠陥領域はOSFリング内側のV-リッチ領域であると判断できる。

【0064】

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。

【0065】

例えば、上記実施形態においては、直径8インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、直径6インチ以下、直径10~16インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。

【0066】

【発明の効果】

本発明によれば、結晶位置やデバイスプロセスに依存せずに安定した酸素析出が得られるので、酸素析出物密度のパラツキが少なく安定したゲッタリング能力を有するウエーハを得ることができる。さらに、本発明の評価方法を用いることにより、引上げ条件が未知で欠陥領域が不明のシリコンウエーハの欠陥領域を比較的容易に判断することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】熱処理開始温度とBMD密度との関係を表す図である。

(a) OSFリング内側領域、(b) OSFリング上、(c) NV領域、

10

20

30

40

50

(d) NI領域とI-リッチ領域。

【図2】BMD密度の酸素濃度依存性を示す図である。

(a) 700 でのBMD密度と800 でのBMD密度との密度差、すなわち極小析出核のみの結晶位置別密度分布、

(b) 800 と900 とのBMD密度差と結晶位置別密度分布、

(c) 900 と1000 とのBMD密度差と結晶位置別密度分布、

(d) 1000 以上における結晶位置別BMD密度分布。

【図3】BMD密度の酸素濃度依存性における欠陥領域の影響を考慮した結果を示す図である。

(a) 700 と800 とのBMD密度差と欠陥領域別BMD密度分布、

10

(b) 800 と900 とのBMD密度差と欠陥領域別BMD密度分布、

(c) 900 と1000 とのBMD密度差と欠陥領域別BMD密度分布、

(d) 1000 以上における欠陥領域別BMD密度分布。

【図4】高酸素品のBMD密度の面内分布を示す図である[(a)~(f)]。

【図5】低酸素品のBMD密度の面内分布を示す図である[(a)~(h)]。

【図6】酸素析出核密度の結晶位置によるバラツキを低減する方法を示す説明図である。

【図7】NV領域での酸素析出核密度を増加させる方法を示す説明図である。

【図8】シリコン単結晶内における結晶の径方向位置を横軸とし、F/G値を縦軸とした場合の諸欠陥分布図である。

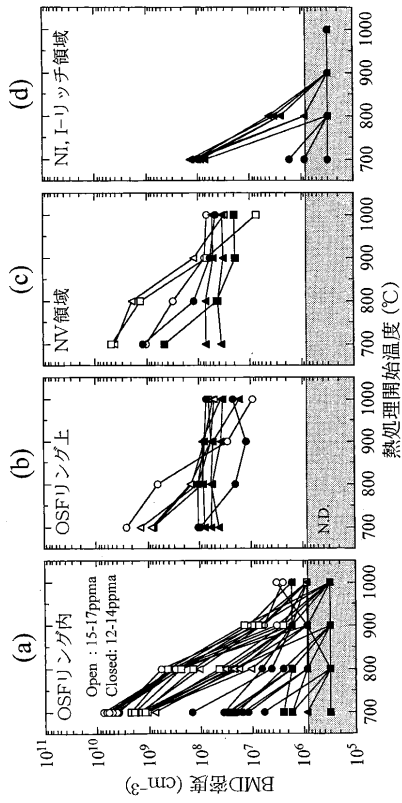
【図9】本発明で使用したCZ法による単結晶引上げ装置の概略説明図である。

20

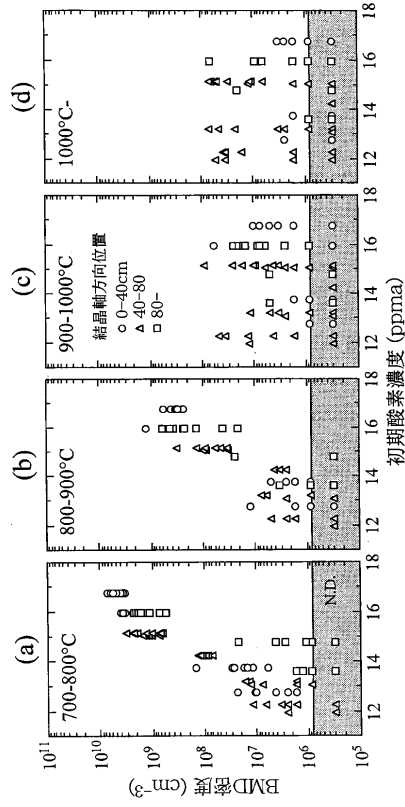
【符号の説明】

- 1 ... 成長単結晶棒、 2 ... シリコン融液、 3 ... 湯面、 4 ... 固液界面、
 5 ... 種結晶、 6 ... シードチャック、 7 ... ワイヤ、 8 ... 固液界面断熱材、
 9 ... 上部囲繞断熱材、 10 ... 湯面と固液界面断熱材下端との隙間、
 30 ... 単結晶引上げ装置、 31 ... 引上げ室、 32 ... ルツボ、
 33 ... ルツボ保持軸、 34 ... ヒータ、 35 ... 断熱材。

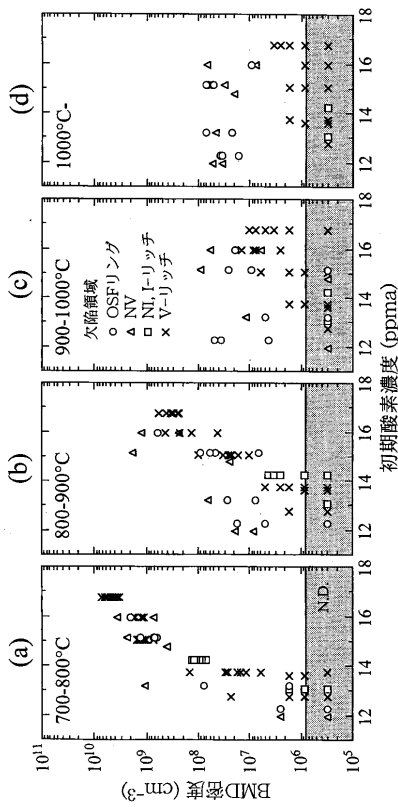
【 図 1 】



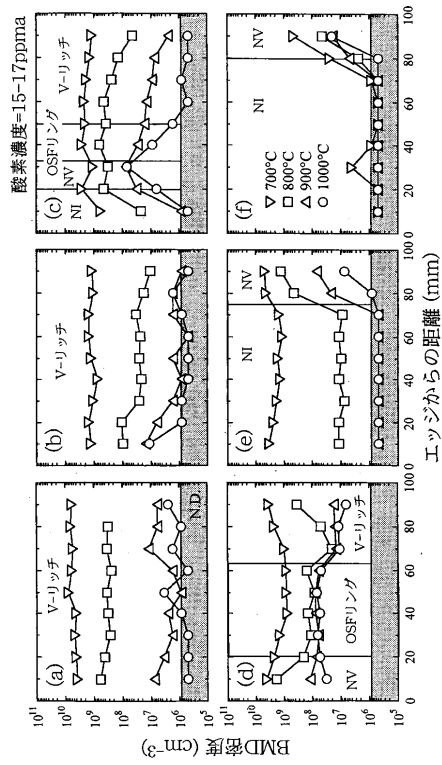
【 図 2 】



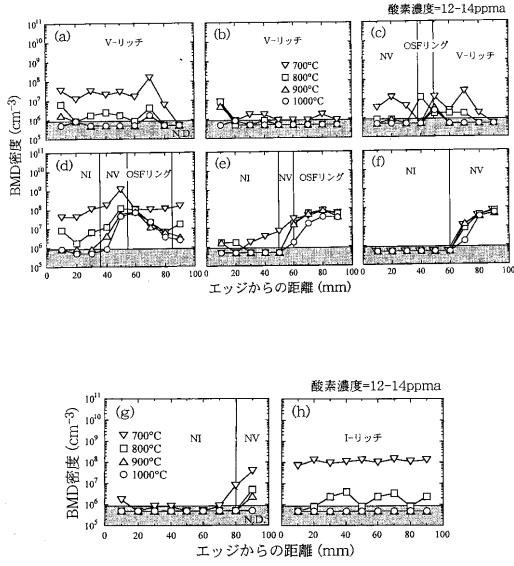
【 図 3 】



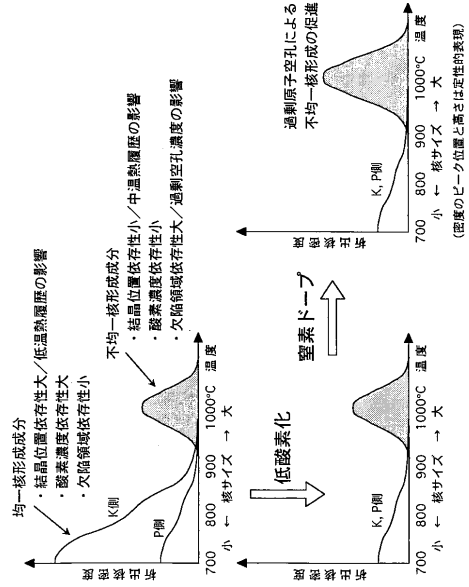
【 図 4 】



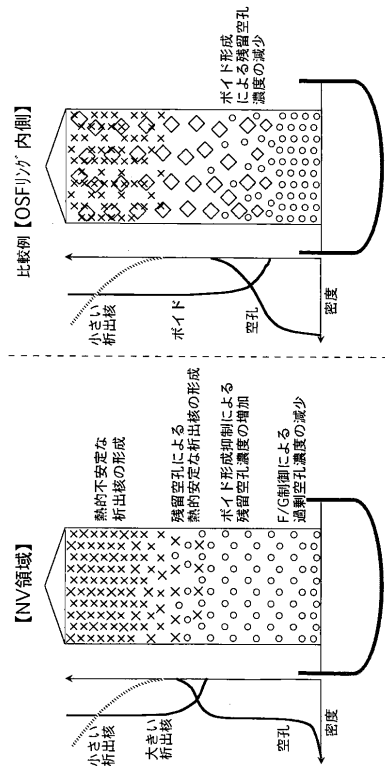
【 図 5 】



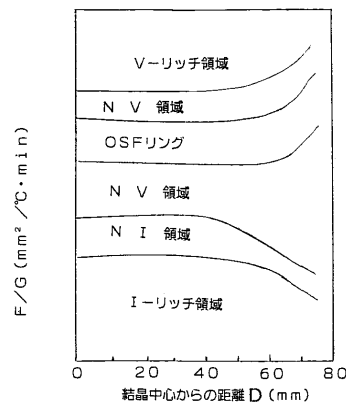
【 図 6 】



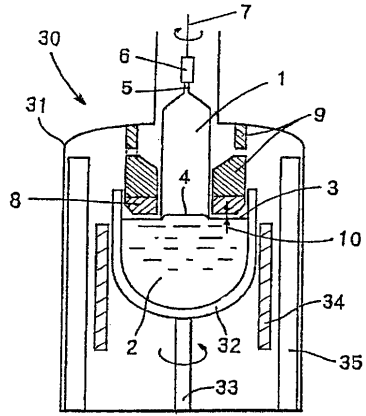
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



フロントページの続き

合議体

審判長 板橋 一隆

審判官 鈴木 毅

審判官 松本 貢

(56)参考文献 特開平11-157996(JP,A)

SHIMURA F. et al., Nitrogen effect on oxygen precipitation in Czochralski silicon, Appl. Phys. Lett., January 1986, Vol.48, No.3, page. 224-226

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00 - 35/00