チョクラルスキー法による単結晶 Si 引上炉における 単結晶断面形状のオンライン測定技術の開発*

高 梨 啓 一^{*1,*2}, 末 岡 浩 治^{*3}, 福谷 征史郎^{*3}

Online Measurement Technique for Diameter Profile of Si Crystal in Growth Furnace of Czochralski Method

Keiichi TAKANASHI^{*4}, Koji SUEOKA, and Seishiro FUKUTANI

^{*4} Department of System Engineering, Okayama Prefectural University,
111 Kuboki, Soja-shi, Okayama, 719-1197 Japan

We have developed a new instrumentation technique for Si crystal growth process of Czochralski (CZ) method for the purpose of the productivity improvement. In this paper, we developed the online measurement technique for diameter profile of Si crystal in growth furnace. Our new technique can measure the crystal diameter profile with higher accuracy than conventional optical measurement. The features of this technique are the data correction method and the elimination method of the effect of crystal swing. The measurement error of maximum diameter is within 0.18 mm, and the measurement error of minimum diameter is within 0.09 mm. This technique contributes to the improvement of CZ Si crystal productivity.

Key Words: In-process Measurement, Shape Measurement, Optical Measurement, Si Crystal, Czochralski Method

1. 緒 言

半導体デバイスはコンピュータ、通信機器等のあらゆるエレクトロニクス関連製品に幅広く利用されており、その生産量は高い伸びを示している。また、半導体デバイスは高集積化と微細化が進んでいる。そのため、半導体デバイスの基板となるシリコン (Si) ウェーハへの生産量増加と高品質化の要求も大きく、Si ウェーハメーカーではその対応が急務である。Si ウェーハは高純度多結晶 Si を溶融し種結晶から引き上げる Czochralski (CZ) 法により育成した Si 単結晶インゴットから製造される。その単結晶引上工程は所用時間が長く、Si ウェーハの生産性向上には単結晶引上工程の所要時間短縮が重要である。

図 1 に CZ 法での単結晶引上炉の概念図を示す。石英坩堝には溶融した高純度多結晶 Si が入っている。

Fig.1 The outline of the single crystal growth furnace

炉体上部からワイヤで吊り下げられた種結晶を融液 Si に接触させることで単結晶を成長させ、種結晶を回転させながら引き上げる。引上炉には窓が設置されており、操業者による引上状況の監視、炉外からの光学機器による結晶直径の測定に用いる。引上中の結晶

* 原稿受付 2006 年 6 月 12 日。

^{*1} 正員, 岡山県立大学大学院情報系工学研究科 (〒719-1197 総社市窪木 111)。

^{*2} (株)SUMCO 技術開発部プロセス基盤技術課 (〒849-0597 佐賀県杵島郡江北町大字上小田 2201)。

^{*3} 正員, 岡山県立大学情報工学部。

E-mail: ktakanas@sumcosi.com

Fig.2 The image of fusion ring during single crystal growth and the cross section of Si ingot

直径は一般に炉外に設置した CCD カメラ等の光学式直径センサを用いて測定し、目標直径となるように制御している。図 2 に引上中の単結晶の写真を示す。光学式直径センサではフュージョンリングと呼ばれる結晶周囲の高輝度部を測定し、左右のフュージョンリングの間隔を直径として測定する方法が一般的である。結晶引上中はその表面張力により結晶周囲の融液表面が持ち上がる。フュージョンリングはその傾いた融液に融液外周にある高温の坩堝が写り込み、明るく見えるものである³⁾。図 2 右部に引上後の Si インゴットの断面形状を示す。引上中の単結晶は晶癖線と呼ばれる突起が発生している。晶癖線は引き上げる結晶の方位により決まり、(100)結晶の場合には 90° おきに 4 本の晶癖線が発生する³⁾。

単結晶引上工程での生産性向上には単結晶の引上速度の増加が有効である。しかし引上速度を変化させると単結晶中の熱分布が変化するため、断面形状が変化する。単結晶引上工程後のインゴットは外周を研削した後にスライスしウェーハに加工するが、インゴットの断面形状の変形が大きくなるとインゴットの外周研削の研削量と研削時間が増加するため生産性が悪化する。そのため、外周研削工程までを含めて生産性を向上させるためには、結晶断面形状の変形ができるだけ小さいインゴットが得られる適切な引上速度を設定する必要がある⁴⁾。しかし、その適切な引上速度は炉内構造物の個体差のため毎に異なることに加え、同一炉でも炉内構造物の経時劣化によって変化する。そのため多数の炉で長期間にわたり適切な引上速度を保つためには単結晶引上中の結晶断面形状を精度良く測定した上で変形ができるだけ小さい状態に管理する必要がある。

単結晶引上工程後の結晶断面形状の測定法として、レーザ幅計等を用いて、引上後のインゴットをオフライン測定する方法もある。しかし、この方法は測定の所要時間が引上速度増加による生産性向上を相殺することに加え、大口径インゴットを測定装置に設置する際のハンドリングが難しく、長期的、継続的に実施することは困難である。そのため単結晶引上中にオンラインで迅速かつ高精度に結晶断面形状を測定する手法の実現は、生産性の向上に多大な貢献をする。オンラインで結晶断面形状を測定する手法として、CCD カメラによる光学式直径センサを用いる手法が考えられる。しかしながら、この方法では次章に述べる問題点があり、高精度な形状測定ができない^{5,6)}。そこで本研究では、CCD カメラで検出される左右のフュージョンリング位置変動結果を補正することで、結晶断面形状をオンラインで迅速かつ高精度に測定可能とする新手法の開発を行った。

2. 光学式直径センサの課題とオンライン結晶断面形状測定方法

前述したように単結晶引上炉に設置されている従来手法の光学式直径センサでは、結晶の断面形状を高精度に測定できない。以下に従来手法の問題点を示し、本開発での測定方法を説明する。

2・1 測定位置による晶癖線ずれの影響 一般的な CCD カメラを用いた直径測定では、左右のフュージョンリングの間隔を結晶径としている。しかし、CCD カメラは結晶を斜め上方から測定しているため、引上中の結晶断面中心は引上中の結晶に隠されて観察できない。そのため実際の測定位置は結晶中心の手前側になる。また引上中に結晶径が減少すると、上部の結晶にフュージョンリングが隠され直径測定ができな

Fig.3 The Measurement position of diameter sensor

Fig.4 The fusion ring position change result

い可能性がある。そのため、カメラ設置位置から幾何学的に算出される位置よりも手前を測定するように設置されている場合がある。結晶断面中心を測定していない場合、直径センサが検出している左右フュージョンリングの間隔は真の直径と異なっていることは明らかである。図3にその概念図を示す。図中に示す方向に結晶が回転している場合、真の直径に対応する2点では図中左側の点が先に直径センサ測定位置上に現れ、その反対側（図中の右側）の点は遅れて直径センサ測定位置上に現れることとなる。図4に結晶引上中の左右それぞれのフュージョンリング位置検出結果の例を示す。実線で示す左右のフュージョンリング位置検出結果では、90°ピッチで発生する晶癖線による突起は左右のフュージョンリングで異なることがわかる。そこで本測定方法ではこのタイミングずれを(1)式を用いて補正した。

$$D(\theta) = R(\theta) - L(\theta - \tau) \quad (1)$$

$D(\theta)$: Diameter Profile

$R(\theta)$: Position of Right side Fusion Ring

$L(\theta)$: Position of Left side Fusion Ring

τ : Timing Lag

このタイミングずれ τ は、直径センサ測定位置と結晶断面中心との距離および結晶径で決まる。しかし、実際の結晶引上では液面位置のずれ等のため、 τ が変化する。そこで結晶断面形状の最大径が最大となる補正量 $\tau_{\max}$ を算出する。算出された補正量 $\tau_{\max}$ を(1)式の τ に用いて補正した左側フュージョンリング位置を図4中の点線で示す。これにより、測定誤差を低減した。図5に本補正を行った結晶断面形状の測定例を示す。図中の従来手法では晶癖線部分の直径が測定できていない

Fig.5 The Time lag correction result

ことがわかる。一方、本補正では90°ピッチの晶癖線ピークが正しく再現され、断面形状が正確に測定できていることがわかる。

2・2 引き上げ中の結晶揺れの影響

引上中の単結晶は炉体上部からワイヤ等で吊り下げられているため、引上状況によって単結晶が揺れる場合がある。図6に結晶揺れが発生した際の左右のフュージョンリング位置検出結果の例を示す。従来の直径測定方法では、この結晶揺れの影響を平均化により低減していた。しかし、本測定方法では前述した左右のフュージョンリング位置検出のタイミングずれ補正のため、小さい振幅の結晶揺れでもその影響を大きく受ける。今回、結晶引上中の揺れ状況を調査した結果、結晶の揺れは結晶回転にほぼ同期し、その揺れの周波数は結晶1回転中に1~4回であることが判明した。そのためこの低周波成分を除去する必要がある。

図7に、結晶1回転において4回の結晶揺れが発生した場合のフュージョンリング位置変動の周波数

Fig.6 The fusion ring position change result with crystal swing

Fig.7 Frequency distributions of diameter profiles

Fig.8 The crystal swing elimination result

解析結果を示す。これより、結晶1回転において4回揺れる成分(以下、4次の揺れ成分と記す)は、結晶揺れが発生していない場合の周波数成分に比べ10倍以上大きな振幅を示す。また、その振幅は、炉体の共振条件となる特定の部位で大きくなる。一方、結晶揺れが発生していない場合にも、周波数解析には4の倍数成分にピークが現れる。これは(100)結晶の形状が90°ピッチでほぼ同一となるためであり、断面形状に本質的に含まれる成分である。その振幅は結晶が揺れていない場合ではほぼ一定であることが解析の結果から判明した。それ故、この本質的な成分(以下、結晶形状成分と記す)まで除去してしまうと測定誤差が発生する。

そこで、本測定方法ではフュージョンリング位置変動検出結果から結晶形状成分以外の結晶揺れ成分を除去することで結晶揺れを補正した。(2)式に左側フュージョンリング位置変動検出結果に対する補正式を示す。

$$L'(\theta) = L(\theta) - \left\{ \sum_{n=1}^k a_n \sin(n\theta + \alpha_n) - A \sin(4\theta + \alpha_4) \right\} \quad (2)$$

$L'(\theta)$: Position of Left side Fusion Ring after swing elimination

a_n : Amplitude of Left side Fusion Ring

α_n : Phase Difference of Left side Fusion Ring

A : Amplitude of Crystal shape elements

なお、右側フュージョンリング位置変動に対する補正式も(2)式と同様である。

(2)式の補正を行うにあたり、本測定方法では左右のフュージョンリング位置検出結果を高速フーリエ変換を用いて周波数成分にし、各周波数成分での振幅(2)式中の a_n および位相差(2)式中の α_n を算出

する。結晶形状成分の振幅(2)式中の A は断面形状に本質的に含まれる成分で、その振幅は結晶が揺れていない場合ではほぼ一定であることからオフラインで結晶揺れが発生していない際のフュージョンリング位置検出結果の周波数解析し、事前に算出する。

図8に結晶揺れ補正の効果を示す結晶断面形状測定結果の例を示す。結晶揺れが発生すると、結晶揺れ補正を実施しない場合はその測定結果が大きく振動しているが、結晶揺れ補正によりその影響は除去できていることがわかる。

3. オンライン結晶断面形状測定の実機試験

本章では、本測定方法であるオンライン結晶断面形状測定の実機試験結果をオフライン測定結果と比較する。本試験に用いた結晶の方位は(100)であり、90°ピッチで晶癖線が発生して、この位置で最大径となる。晶癖線部分では直径が急激に変化するため、その付近を精度良く測定するには高速かつ高分解能の測定が必要である。そのため、本試験ではラインセンサカメラ(エクセル製 TS000HS)を用い改良も行った。これにより結晶引上中に回転する結晶の角度を1°以下で測定でき、空間分解能としてはおよそ0.05 mm/画素を実現した。また、オフライン測定はキーエンス製のレーザ幅計(キーエンス製 LS-3000)を用い、引上後の単結晶インゴットを2°ピッチで回転させながら断面形状を測定した。

図9に両測定法により得られた結晶断面形状の比較を示す。晶癖線のピーク部でオンライン測定値はオフライン測定値に比べ約0.1 mm小さい値となった。また、晶癖線のピークより結晶回転角度で±10°以内ではオンライン測定値とオフライン測定値の差は大きくなる。晶癖線のピーク近傍では、そのピーク部によりレーザ光が遮られる。そのため、オフライ

Fig.9 The diameter profile measurement result

ン測定値は実際より大きく測定されていると考えられる。一方、晶癖線ピークから $\pm 10^\circ$ の区間を除いた領域での測定誤差は σ で0.05 mmとなった。

図 10 に結晶引上長方向で最大径と最小径についてオンライン測定とオフライン測定を比較した結果を示す。最大径部は図 9 での晶癖線部に相当する。この結果も図 9 と同様に、最大径部分ではオンライン測定値がオフライン測定値に比べ小さくなり、逆に最小径ではオンライン測定値がオフライン測定値より大きくなる結果となった。図 10 の試験において、引上後半に結晶の多結晶化が起こった。多結晶化すると単結晶で見られた晶癖線は消滅するため、この位置における最大径は小さくなる。これが引上後半においてオンライン測定値、オフライン測定値とも最大径が小さくなった理由である。なお、本測定方法では、最大径となる晶癖線ピーク部の直径を最大とする様にタイミングずれ補正を行う。そのため、晶癖線が消滅した多結晶領域については、測定誤差の評価から除外した。その結果、単結晶領域において、測定誤差は最大径部で σ 0.18 mm、最小径部で σ 0.09 mmであった。

Fig.10 The maximum and minimum diameter measurement result

Fig.11 The deformation rate measurement result

結晶断面形状は操業上、変形率と言われる値で管理されることが多い⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾。その変形率は結晶断面形状の最大径と最小径から式(3)で算出される。

$$\text{deformation rate} = \frac{D_{\max} - D_{\min}}{D_{\min}} \times 100(\%) \quad (3)$$

$D_{\max}$: Maxmun diameter

$D_{\min}$: Minimum diameter

図 11 はその変形率のオンライン測定値とオフライン測定値の比較を示す。オンライン測定値はオフライン測定値に比べ低めの値となる。その誤差は σ で0.17%であった。

4. まとめ

本研究では、Si 単結晶の生産性向上を目的として、CZ法によるSi単結晶の引上炉における結晶断面形状のオンライン測定技術を開発した。本技術により従来手法では測定できない結晶引き上げ中のオンライン結晶断面形状測定を可能とし、実機試験にて晶癖線ピーク部に相当する最大径を誤差約0.18 mm、最小径を誤差約0.09 mmで測定可能なことを示した。この結果は、本技術により単結晶引上中に結晶断面形状を高精度で測定可能であることを示している。

5. 謝辞

本開発において (株) SUMCOの前田徳次氏には、実機試験データ採取など、多岐にわたってご尽力いただきました。厚く感謝いたします。

6. 参考文献

- (1) Hoshikawa, K., *Bulk crystal growth technique*, (1994), pp.25-27, Baifusya.
 - (2) Abe, T., *Silicon - crystal growth and wafer manufacture*, (1994), pp.30-38, Baifusya.
 - (3) Shimura, F., *Semiconductor silicon crystal engineering*, (1993), pp.44-67, Maruzen.
 - (4) Mizuta, M., Nakagawa, S., Tabuchi, M., Maeda, T., Development of new pulling speed control system in crystal pulling process, *Proceedings of the annual conference of the Institute of System, Control and Information Engineers*, VOL. 44th(2000-5), pp.145-146.
 - (5) Takanashi, K., New Instrumentation Technique in Single Crystal Growth of Silicon, *Proceedings of Sensing Forum*, VOL. 14th(1997-10), pp.121-125.
 - (6) Takanashi, K., Maeda, T., Online Deformation Rate Measurement System for the Crystal Growth, *Proceedings of the annual conference of the Institute of System, Control and Information Engineers*, VOL. 44th(2000-5), pp.143-144.
-