チヨクラスキー法による単結晶 Si 引上炉における 液面位置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 Melt Surface Level 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 quality improvement. In this paper, we developed the online measurement technique for the melt surface level of Si crystal in growth furnace. Our new technique can measure the melt surface level with high accuracy without the influence of meniscus. The characteristics of this technique are the elimination method of the influence of meniscus. The elimination error of meniscus influence is within ± 0.3 mm. This technique contributes to the improvement of CZ Si crystal quality.

Key Words: In-process Measurement, Image Processing, Optical Measurement, Process Control, Si Crystal, Czochralski Method

1. 結 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 を熔融し、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。図 1 に CZ 法での単結晶引上炉の概念図を示す。炉内は通常、減圧された Ar 雰囲気である。石英坩堝には熔融した高純度多結晶 Si が入っている。炉体上部からワイヤで吊り下げられた種結晶を熔融 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

Fig.1 The outline of the single crystal growth furnace

設置されており、操業者による引上状況の監視および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。最近では、オンラインで直径を制御する技術も筆者らにより報告されている^①。引上炉内には引上中の単結晶へのヒータからの熱輻射と炉内の Ar の流れを一定に保つため一般にカーボンで作られたシールド (以下、単にシールドと記す) が

* 原稿受付 2007 年 3 月 16 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} 正員、(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

設置されている。単結晶引上に伴い融液は減少するが、そのシールドと融液面の間隔が一定になるように減少した融液量に応じて坩堝を上昇させている^{9,10}。この坩堝の上昇量は、引上がった単結晶の体積から融液の減少量を算出して求めるのが一般的である。しかし、この方法では石英坩堝の肉厚誤差や熱変形等の影響により、液面位置を高精度に求めることは困難である。

CZ 法によるシリコンウェーハにおいて、デバイス特性を決定する重要な品質項目として単結晶中の酸素濃度と結晶欠陥がある。酸素は石英坩堝から融液中に溶け出し、その一部の結晶に取り込まれるが、残りの大部分は融液表面から蒸発する。その蒸発量は融液表面での Ar の流れに強く影響される。また結晶中のボイド欠陥、転位クラスター等の結晶欠陥の形成挙動は、引上中の固液界面直上の温度に強く影響される⁶。これらの理由により、今後のシリコンウェーハの高品質化には、単結晶引上中の Ar の流れおよび単結晶への熱輻射に影響するシールドと液面間距離（以下、Gap と記す）をオンラインで正確に制御することが熱望されている。以上の技術背景を受け、本研究では Si 単結晶引上中に Gap をオンラインで測定し、所望の値に制御する技術開発を行った。本研究では Gap 測定方法として融液表面に写ったシールド鏡像の位置から Gap を測定する方法を用いた。特に、結晶の表面張力等起因する液面形状の変化による測定誤差の影響を除去し、Gap を高精度測定する手法を開発した。

2. シールドの鏡像を用いたオンライン液面位置測定方法

図 2 に一般的な CZ 法での単結晶引上中の炉内の写真を示す。シリコン融液は反射率 0.7 の鏡面であるため、単結晶引上中の融液表面には炉内構造物が写る。一方、その融液直上に設置されるシールドは通常カーボン製であり放射率が約 0.9 と高く、また約 1200℃ と高温であるため高輝度の鏡像となる。この鏡像の写り

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

Fig. 3 The intensity and differential value profile of Shield Image

方は Gap により変化するため、この鏡像の位置変化をとらえることにより Gap が測定可能となる⁶。

図 3 に図 2 中に示す Gap 測定位置での輝度の分布を示す。このようにシールドの鏡像は融液表面輝度に比べ高輝度となる。Gap を測定するためには、この高輝度部を検出することとなる。しかしこのシールドの鏡像の輝度は結晶引上に伴うシールドの温度変化により変化する。そこで今回の開発においては図 3 に示す輝度分布を微分し、その微分データのピークを検出することにより、結晶引上全長において安定した検出を可能とした。シールド鏡像の幅は Gap により変化する。Gap が広がればシールド鏡像の幅は図 3 中の実線から点線のように広がり、逆に Gap が狭まればシールド鏡像の幅も狭くなる。Gap を測定するためには、そのシールド鏡像の幅を実際の Gap に換算する校正曲線を得る必要がある。しかしこの校正曲線は炉内を撮像するカメラ設置位置、角度により異なった値となる。そこで本研究では、結晶引上前に坩堝を上下に動かすことにより実際に液面位置を変化させ、その際の液面位置と鏡像幅の関係を 2 次曲線に近似し、校正曲線を求めた。

3. シールドの鏡像を用いたオンライン液面位置測定方法での測定誤差

本開発の測定方法では融液表面に写ったシールドの鏡像を検出する。そのため、融液表面の形状は測定精度に大きく影響する。図 4 は結晶径を変化させながら結晶引き上げた際の測定結果を示す。図中の実線は本測定方法で測定した Gap 測定値、点線は炉外に設置した CCD カメラを用いて測定した直径値を示す。通常の単結晶引上では種結晶引上後に直径を増加させるコーン部を経た後、目標径での直胴部を引き上げる。本テストでは直胴部でその直径を約 6mm 変化させてい

Fig.4 The measurement result of Gap and crystal diameter during the crystal growth using the crucible with 22 inches diameter.

る。図中の実線で示す Gap 測定値は種結晶引上中からコーン部で測定値が約 5 mm 急増した。加えてコーン部の測定時間が 180~200 分付近では坩堝回転が変化しているが、Gap 測定値はその変化の影響を受け、30 mm から約 2 mm 増加している。しかしコーン部の結晶体積は小さく、この様な急激な Gap 増加が実際に起こっているとは考えられない。一方、直胴部引き上げ中も測定時間 200~600 分の直径増加に従いの Gap 測定値は約 5 mm 増加した。その後、直径が安定した部位での Gap 測定値は徐々に減少している。このことからこのテストでは引上に伴う融液減少量に対して坩堝上昇量が大きく、液面とシールド間が詰まる傾向にあり、測定時間 200~600 分においても Gap は実際に減少していたものと予測できる。このように、これらの Gap 測定値変化は実際の Gap 変化で説明することは困難であり、シールドを写す融液表面の傾きが変化したと考えるのが自然である。単結晶引上中の液面形状を決定する主要因としては、①引き上げ中の坩堝回転に伴う遠心力の影響、②融液の表面張力による単結晶インゴット周囲でのメニスカス形状の影響がある。以下に上記 2 つの要因に関して、以下で詳細に説明する。

3・1 坩堝回転による液面形状の変化 定常状態において引上中の融液は坩堝回転と同一方向、速度で回転するいわゆる剛体回転となる。そのため融液は遠心力の影響で外周方向に持ち上がる。また、その傾きは坩堝回転により異なる。シールドの鏡像が写る液面付近では、その角度が増加した場合、シールド鏡像の幅は減少することとなる。その際の液面形状は式(1)で示すことができる。①

$$h(r) = \frac{\omega^2}{2g} r^2 + h_0 \quad (1)$$

式(1)中の ω は坩堝回転速度を、 g は重力加速度、 h_0 は坩堝中心での液面高さ、 $h(r)$ は坩堝中心から r の距離での液面高さを示す。

3・2 メニスカスによる液面形状の変化 一方、単結晶インゴットの周囲は表面張力により持ち上がる。そのため単結晶インゴット近傍にシールドの鏡像が写る場合には、遠心力の影響とは逆にその鏡像の幅は増加することとなる。メニスカス形状を表す式として、式(2)に示す Laplace-Young の式がある。

$$\rho g y = \sigma_{SL} \left(1/R_1 + 1/R_2 \right) \quad (2)$$

式(2)中の ρ は密度、 σ_{SL} は表面張力を示し、 R_1 、 R_2 はメニスカス形状の主曲率半径を示す。この式は解析的に解くことが困難であるが、Hurle により式(3)の様に示されることが報告されている②。

$$X = R + \sqrt{2/A - H^2} - \sqrt{2/A - Y^2} - \frac{1}{\sqrt{2A}} \ln \left| \frac{Y}{H} \frac{\sqrt{2} + \sqrt{2 - AH^2}}{\sqrt{2} + \sqrt{2 - AY^2}} \right| \quad (3)$$

$$A = \frac{1}{2} [1 + (\sin \alpha_0) / RH]$$

$$H = \sqrt{2(1 - \cos \alpha_0) + [(\sin \alpha_0) / 2R]^2} - (\sin \alpha_0) / 2R$$

$$R = r(2/\beta)^{1/2}$$

$$X = x(2/\beta)^{1/2}$$

$$Y = y(2/\beta)^{1/2}$$

$$\alpha_0 = \pi/2 - \theta_L$$

$$\theta_L: \text{contact angle}$$

$$\beta: \text{Laplace constant}(= 2\sigma_{SL}/\rho g)$$

$$r: \text{crystal radius}$$

式(3)中の y は結晶中心から x の位置でのメニスカス形状の高さを示す。

図 5 に結晶径 200 mm、22 インチ径坩堝での坩堝回転 0rpm から 20rpm までの液面形状の変化を算出した例を示す。これは、式(3)で算出されたメニスカス形状に式(1)で算出された坩堝回転による液面形状を加算することにより引上中液面形状を算出したものである。坩堝回転の増加に従い坩堝外周部の液面位置は上昇し、

Fig.5 The melt surface shape change by crucible rotation
($\theta_c=0$, $\sigma_{SL}=720(\text{mN/m})$, $\rho=2.533(\text{g/cm}^3)$)

中心部付近の液面位置は低下する。これに伴い Gap も実際に変化することとなるが、その変化量はシールドの設置位置により異なる。

一方、単結晶インゴットによるメニスカスによる液面形状の変化はインゴット近傍で大きい。そのため、結晶径がする事に加えて、Gap 変化によるシールド鏡像位置の変化にも液面形状が影響する。

4. シミュレーションによる測定誤差要因の解析

前述のように、本測定方法ではその測定誤差が結晶引上中の坩堝回転、結晶径変動、Gap 変動により複雑に変化する。そのため、本測定方法による Gap 測定値から液面形状の変化の影響を補正するためには、その影響量を定量的に検証し、その結果を用いて補正する必要がある。しかし、実際には引上中に Gap 変動を抑えられないことに加え、坩堝変更等では結晶の引き上げ自体が困難になる条件も想定されるため、液

面形状の変化の影響量を検証する実機テストの実施は困難である。そこで本研究では、結晶の表面張力と坩堝回転で変化する液面形状を式(1)、式(3)で求め、表面で反射された光路を追跡することで引上中の融液表面に写り込むシールドの鏡像を再現するシミュレーションを実施し、上記の影響量を定量的に検証した。

図6にシミュレーションと実測値との比較を示す。図中の実線は図4の実機テスト時でのシミュレーション結果であり、実測値を示す点線とは非常に良い一致を示している。コーン部初期に坩堝回転変化部においても直胴部の直径変化部においても十分に再現できている。そこで、本モデルを用いて結晶径変動と坩堝回転の影響に関して検証した。

4.1 直径変化による測定値への影響

図7に直径が変化した際の、液面形状の変化による測定値への影響を示す。図の縦軸は液面形状の影響による測定値変化を示すために、結晶が無い場合での Gap 測定値と結晶がある場合での Gap 測定値の差を示す。一方、横軸はインゴットとシールド間の距離を示し、直径が大きくなるとその距離は小さくなる。図7から明らかな様に、結晶径が大きくなると液面形状の影響量は急速に大きくなる。これは、結晶に近傍ほど液面の傾きが大きくなることに起因している。また、液面形状の影響量は Gap が大きいほど大きい。これは Gap が大きいほど融液表面に写るシールド鏡像位置が液面の傾きの大きい結晶近傍に移動することに起因している。このように液面形状の影響量はシールド鏡像位置での液面の傾き、即ち、結晶から距離の影響を大きく受けていることがわかる。図7のように本測定方法では Gap が変化すると結晶径が同一であっても液面形

Fig.6 The simulation result of online measurement using the crucible with 22 inches diameter.

Fig.7 The relations between influence of melt surface and distance from shield to ingot in different Gap using the crucible with 22 inches diameter.

Fig.8 The relations between influence of melt surface and distance from mirror image to ingot in different Gap using the crucible with 22 inches diameter.

状の影響量が変化し、Gap 測定値の変化は実際の Gap 変化よりも大きくなる。

図 8 は液面形状の影響量をシールド鏡像位置と結晶との距離で整理し直した結果を示す。この図からわかるように、Gap が異なっても液面形状の影響量の差は 0.5 mm 以下でほぼ一致する事が確認できた。この結果は、シールドの鏡像位置と結晶との距離をもとに、その Gap 測定値に含まれている液面形状の影響量が算出可能である事を示している。

4・2 坩堝回転に変化による測定値への影響

通常の単結晶引上中は、結晶中の酸素濃度制御等の理由から坩堝回転を変更する。前述の様に坩堝回転を変更すると液面形状が変化し、実際に Gap が変化することに加え、液面の傾きが変化する。図 9 に結晶が無い場合で、初期坩堝回転 (図 9 では 0rpm) から坩堝回転が変化した場合に式(1)から算出される実 Gap 変化

Fig.9 The influence of the crucible rotation change without the ingot using the crucible with 22 inches diameter.

Fig.10 The relations between influence of melt surface and distance from mirror image to ingot in different crucible rotation using the crucible with 22 inches diameter.

(図中赤四角)とシミュレーションによる Gap 測定値

(図中青四角)の変化を示す。実 Gap は坩堝回転が増加するに従い増加するが、Gap 測定値も実 Gap 変化を 0.1 mm 以内で測定可能なことがわかる。

図 10 は初期坩堝回転(5rpm)から坩堝回転が変化した後に結晶径が変化した際の液面形状の影響量を示す。この結果からわかるように、液面形状の影響量は結晶回転に関わらず一致する。図 10 中の 5rpm (図中白抜き四角)は図 8 の Gap30 mm と同一データである。このことより、液面形状の影響量は初期坩堝回転およびその後の結晶回転に影響されないことが確認できた。

4・3 液面形状の影響の補正結果

前述のように、本測定方法ではインゴットによるメニスカスの影響による液面形状の変化の影響を受ける。しかし、その液面形状の影響量は図 8 と図 10 に示すように坩堝回転、Gap 変化の影響は受けず、インゴットとシールド

Fig.11 The result of the elimination of the influence of meniscus using the crucible with 22 inches diameter.

Fig.12 The result of the Gap control with online measurement

ド鏡像との距離で算出可能である。本節ではシミュレーションで求めた液面形状の影響量とインゴットとシールド鏡像との距離の関係を基に液面形状の影響量を補正した結果を示す。

図 11 はその補正結果を示す。図中の点線はシミュレーション結果のフィティングから推定した Gap 変化を示し、実線は今回検討した補正を行った結果である。両者は非常に一致を示しており、両者の差は ± 0.3 mm 以下であった。

5. シールドの鏡像を用いたオンライン液面位置測定とその制御の実機試験

本章では、本測定方法の実機試験結果と、その一定制御への適用結果を示す。図 12 にオンライン液面位置の測定と、その制御の結果を示す。図中の実線は制御中の Gap 測定値を示している。本適用試験では Gap 測定値を基に、制御開始時の Gap 値を一定に保つように PID 制御している。制御は引上率 10% のところから開始した。制御開始前に Gap は約 1 mm 減少したが、制御開始後はほぼ一定となった。制御開始後、引上率 95% までは Gap 変動は 0.5 mm 以下であった。一方、図中の点線は本 Gap 制御で補正された坩堝位置補正量を示す。Gap 制御中、坩堝位置補正量は坩堝位置を降下させた事を示すマイナス方向になる。これは Gap 制御が無かった場合は Gap が減少、即ち液面位置が上昇していた事を示す。引上率 95% 以上で Gap が 2 mm 減少しているが、これは坩堝底部の湾曲部にかかり、引上に伴う液面位置変化が大きくなったため、Gap 制御が追従できなくなったためである。PID 制御のパラメータを修正することで対応可能である。

6. まとめ

本研究では、Si 単結晶の品質向上を目的として、CZ 法による Si 単結晶の引上炉での液面位置を融液表面に写ったシールドの鏡像位置を用いてオンライン測定する技術と、その測定に影響する液面形状の影響を補正する技術を開発した。本技術により従来は測定できない結晶引上中の液面位置をオンラインで測定可能とし、実機試験にて Gap 変動が 0.5 mm 以下に制御可能ことを示した。

7. 謝辞

本開発において (株) SUMCO の前田徳次氏および濱田健氏には、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。

8. 参考文献

- (1) Takanashi, K., Sueoka, K., Fukutani, S., to be published in *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineering, Series A*.
- (2) Hoshikawa, K., *Bulk crystal growth technique*, (1994), pp.25-27, Baifusya.
- (3) Abe, T., *Silicon - crystal growth and wafer manufacture*, (1994), pp.30-38, Baifusya.
- (4) Shimura, F., *Semiconductor silicon crystal engineering*, (1993), pp.44-67, Maruzen.
- (5) Hourai, M., Kajita, E., Nagashima, T., Fujiwara, H., Growth Parameters Determining the Type of Grown-In Defects in Czochralski Silicon Crystals, *Materials Science Forum*, VOL. 196-201 (1995), pp. 1713-1718.
- (6) Takanashi, K., New Instrumentation Technique in Single Crystal Growth of Silicon, *Proceedings of Sensing Forum*, VOL. 14th(1997-10), pp.121-125.
- (7) Yoshimura, Y., Yonaiyama, M., *Engineering Mechanics*, (2004), pp99-114, Corona Publishing.
- (8) Hurler, D., Analytical Representation of The Shape of Meniscus in Czochralski Growth, *Journal of Crystal Growth*, VOL. 63 (1983), pp.13-17.