チョクラルスキー法を用いた Si 単結晶育成炉における フュージョンリング画像を用いた液面位置測定技術の開発*

高 梨 啓 一^{*1,*2}, 末 岡 浩 治^{*3}, 福 谷 征 史 郎^{*3}

Online Measurement Technique of Melt Surface Level Using Fusion Ring Image in Growth Furnace of Czochralski Method for Si Crystal

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

^{**} 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. The online measurement technique for the melt surface level of Si crystal in growth furnace using image of the fusion ring, which appears to surround solid liquid boundary of Si ingot, was developed. Our new technique can measure the melt surface level with high accuracy without the following influences, (i) the change of solid liquid boundary height during diameter change, and (ii) the habit lines of Si ingot. The accuracy of this method is confirmed within ± 0.6 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. 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、その生産量が大きく伸びている。それに伴い、半導体デバイスの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い。

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。図 1 に CZ 法を用いた Si 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。石英坩堝には溶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 Si 融液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、この窓を操業者によ

Fig.1 Outline of the Si single crystal growth furnace

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、主に単結晶の引上速度を用いて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、引上炉内には単結晶へのヒータからの熱ふく射と炉内の Ar ガス流れを一定に保つため、一般にカーボ

* 原稿受付 2007 年 11 月 1 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

ンで作られたシールド（以下、単にシールドと記す）が設置されている。単結晶引上に伴い Si 融液は減少するが、シールドと液面の間隔が一定となるように坩堝を上昇させる^{2,3,4}。坩堝の上昇量は、引き上がった単結晶の体積を用い、さらに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、石英坩堝の肉厚誤差や熱変形等の影響があるため、この方法では液面位置を高精度に求めることは困難である。

CZ 法により製造された Si 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の 1 つに単結晶引上中に形成した結晶欠陥がある。Si 結晶中の結晶欠陥として、ボイド欠陥と転位クラスターが挙げられる。これら結晶欠陥の形成挙動は、引上中の固液界面直上の温度と滞在時間（以下、結晶熱履歴と記す）に強く影響されることが、宝来ら⁵により報告されている。このため製品ウェーハの仕様に応じて結晶熱履歴の変更が必要であり、その際には所望の結晶熱履歴となるようにシールド形状、シールドと液面との距離、および単結晶の引上速度を変化させる。シールドは炉内で固定されているため、結晶の高品位化には高精度な液面位置制御が必要である。最近では、単結晶引上中に液面に写ったシールドの鏡像位置を用いて、オンラインで液面位置を測定して制御する技術も筆者らにより報告されている⁶。しかし、シールドの鏡像はシールド形状に依存して液面に写らない場合もあり、その場合にはこの測定方法を適用できない。

以上の技術背景から、本研究では Si 単結晶引上中に炉内構造に依存しない、すなわち、シールド鏡像が見えない場合でも適用可能な液面位置の測定技術を開発した。通常のカメラを用いて直径測定する炉において観察可能な、結晶インゴットの周囲に発生するフュージョンリングと呼ばれる高輝度部を検出する方法を液面位置の測定に用いた。

2. フュージョンリング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 法による Si 単結晶引上中の炉内の写真を示す。引上中には、表面張力によって結晶周囲の液面が持ち上げられ、液面は傾斜している。この傾斜した液面に石英坩堝が反射することによって明るく見える領域をフュージョンリングと呼ぶ。フュージョンリングは固液界面近傍に現れるため、カメラを用いて撮影した画像中のフュージョンリングの位置は液面位置の変化に伴い変化する。故に、2 次元画像におけるフュージョンリングの位置変化を認識す

Fig.2 Image of fusion ring during Si single crystal growth

ることにより液面位置が測定可能となる。固液界面部の高さを測定する際には、2 次元画像中の円形のフュージョンリングを検出する。そして、検出されたフュージョンリングを円近似することにより中心位置を算出し、液面高さを測定する。

単結晶引上炉において、斜め上方外部から内部を観察する。そのため、カメラで撮像される画像において、フュージョンリングは楕円に近い形状を有している。しかし、正確には画像中の上側と比較して下側は測定距離が近いので広がり、ひずみが発生する。それ故、画像のひずみ補正がフュージョンリングの中心位置を正確に算出するために不可欠である。本手法ではこのために、カメラ設置条件と素子寸法およびレンズ焦点距離をもとに、カメラ素子上の点を基準液面位置にある平面に投影する写像変換で補正している。フュージョンリングの中心位置を算出する際には、検出されたフュージョンリングを基準液面位置に投影した後に近似計算を行う。

3. 適切なフュージョンリング検出位置の検討

図 3 に典型的なフュージョンリングの写真と輝度分布を示す。図において高輝度部がフュージョンリングであり、その右が融液側、左がインゴット側である。この図のようにフュージョンリングは 2 つのピークを持つ。融液側のピークは坩堝壁からの熱ふく射が反射して生じる。一方、固液界面において、Si の放射率が融液状態の 0.2 から固体状態の 0.6 に急変する。そのため固液界面の固体側において、熱ふく射の輝度は高くなる。これがインゴット側のピークの成因である。

引上中には結晶径はわずかに変動している。この変動に起因して生じるメニスカス形状の変動は、フュージョンリングの位置も変動させるため、本手法により計測する液面位置に誤差を与える。そこで、この誤差を最小限にすることを目的として、フュージョンリングの検出位置が測定結果に与える影響を調べた。

Fig. 3 Intensity profile of the fusion ring

表面張力により持ち上がったメニスカスの形状を図4に模式的に示す。メニスカス形状は(1)式に示す Laplace-Young の式で表すことができる。

$$\rho g y = \sigma \left(1/R_1 + 1/R_2 \right) \quad (1)$$

ここで ρ は密度、 σ 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 により近似解が(2)式で与えられている^⑧。

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

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

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

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

$$H = h(2/\beta)^{1/2}$$

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

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

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

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

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

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

Fig. 4 Outline of Meniscus height profile

ここで、 y は結晶中心から x の位置におけるメニスカスの高さを、 h は $x=r$ でのメニスカスの高さを示す。

引上中に結晶径が変化する際には、結晶と融液の接触角も同時に変化することが報告されている^⑨。たとえば、結晶径が増加する時には接触角も増加、結晶径が減少する時には接触角も減少することが経験的に知られている。図5は(2)式を用い、接触角が 0° から変化した際、即ち結晶径が変化した際のメニスカス形状を計算した結果を示す。横軸 0mm での高さは結晶側面における固液界面高さを示し、接触角 $\pm 10^\circ$ の範囲では固液界面高さは約 1.5 mm 変化することを示す。このように固液界面付近を液面高さ測定に用いると、測定値は結晶径変動による固液界面高さ変化の影響を受けると予測できる。一方、図6は図5の条件でのメニスカス形状の傾きを算出したものである。この図からわかるように、接触角の変化に伴い固液界面高さは変化するが、同一のメニスカス高さにおける傾きの間にはほとんど差がないことがわかる。前述したようにフュージョンリングの外側ピークは坩堝壁を写し込ん

Fig. 5 Meniscus height profile in different contact angle

($\sigma = 720(\text{mM/m})$, $\rho = 2.533(\text{g/cm}^3)$)

Fig.6 Relation between Meniscus height and Meniscus angle in different contact angle

だものであり、その部分の液面傾斜は炉体構造から概ね 50° となる。さらに、図 6 に示すように、(2)式を用いた計算の結果、液面傾斜 50° となる部分のメニスカス高さは接触角約 $\pm 30^\circ$ までほぼ一定であることがわかった。そこで本測定方法では、結晶径変動に影響されことなく安定して液面高さを測定するために、液面傾斜が 50° 以下の部分、即ちフュージョンリング外側ピークより融液側の部分のみを円形近似する手法を採用した。図 7 はフュージョンリングのピーク位置とメニスカスの対応関係を示す概念図である。左図中の白一点鎖線はインゴット側ピークの位置を示し、引上中の固液界面に対応する。一方、白点線は外側ピークの位置を示し、液面傾斜 50° となるメニスカス部に対応する。フュージョンリング外側ピーク部より融液側のみを検出する本測定方法の場合は、図 7 の白点線より融液側のフュージョンリングを円近似して液面高さを算出する。

Fig.7 Correspondence of peaks of the fusion ring and Meniscus height

Fig.8 Comparison result of the melt level measurement with and without using peak of fusion ring

図 8 にフュージョンリング全体を円形近似して算出した液面高さを細線で、フュージョンリング外側ピーク部の融液側のみで算出した液面高さを太線で示す。この図から明らかなように、フュージョンリング全体を用いて算出した液面高さは、図中に灰色で示す結晶径変化量と逆位相になり、結晶径変動の影響を受けていることがわかる。一方、フュージョンリング外側ピーク部の融液側を用いて算出した液面高さは結晶径変動の影響を受けていないことがわかる。

4. 結晶断面形状による測定影響の検証

本開発の測定方法では単結晶引上中のフュージョンリングを円形とみなし、その中心位置を求めることで液面位置を決定する。一方、引上中の単結晶には、晶癖線と呼ばれる突起が側面に発生する。晶癖線は結晶方位により決まり、(100)結晶の場合には 90° 間隔で 4 本の晶癖線が発生する³⁾。そのため検出されたフュージョンリングの形状も晶癖線の影響を受け真円ではない。図 9 に筆者らがオンラインで測定した(100)結晶の断面形状の一例を示す⁴⁾。本測定方法ではフュージョンリングの中心位置を算出する際に円近似を用いる。しかし、結晶断面形状が真円でないため、その近似の精度には問題がある。そのため、本手法で測定した液面位置には測定誤差が含まれる。そこで、本研究では、図 9 に示す結晶断面形状に基づいて製作したモデル画像を用いて、晶癖線が存在することによる液面位置の測定誤差を算出した。

図 10 に液面位置を一定に保った状況における結晶 1 回転中の液面高さを、モデル画像を用いて測定した結果を示す。これより、結晶の回転角度に依存して液面高さの測定結果は $\pm 10\text{mm}$ 以上と大きく変

Fig.9 Measurement result of diameter profile

化することがわかる。これが晶癖線による測定誤差である。モデル画像の結晶は(100)結晶であるため 90° 間隔で晶癖線が発生する。そのため晶癖線による測定誤差も 90° 間隔で同じ値となる。図 2 に示すように通常の引上炉では炉内構造物や炉体に設置された窓等のため、観察可能なフュージョンリングが制限される。そのため本測定方法では長方形の測定範囲を設け、その内部のフュージョンリングを測定に用いる。この測定範囲内で晶癖線の位置が異なると、その影響量も異なる。図 10 において、ピーク部と谷部は、結晶の回転により晶癖線の位置が変化したことを示している。

さて、液面位置の時間変化は非常に遅いため、晶癖線による測定誤差は平均化を用いることで除去可能である。そのためには結晶が 90° 回転する間に十分な回数の測定値が必要である。本測定では 90° 回転する間に 5 回以上の測定を実施することが必要となる。一方、測定分解能の向上には、高精細カメラの使用が有効である。しかし、通常、高精細カメラはフレームレートが遅く、また処理部での演算量も

Fig.10 Influence of habit line on melt level

増加するために処理速度が低下する。それ故、結晶が高速で回転する場合、十分な精度で測定することは困難である。特に測定ピッチが結晶回転の 30° 、 22.5° 、 18° 等の $90/n^\circ$ (n は整数) に相当する場合は特定の回転位置でのデータしか測定できないため、晶癖線の影響が大きくなる。本測定では結晶の回転速度に応じて測定ピッチを適切に設定する必要がある。

5. フュージョンリング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、液面位置の一定制御への適用結果を示す。

5.1 シールドの鏡像を用いたオンライン液面位置測定との比較テスト

筆者らはシールドが液面に写り込んだ鏡像をもとに、液面位置を測定する方法をすでに開発している⁶⁾。本論文では、この方法を従来法とよぶ。図 11 は本方法と従来法の比較結果を示す。図中の実線が本方法により測定した液面位置を示し、灰色実線が従来法により測定した液面位置を示す。両者は非常に一致を示していることがわかる。本テストでは、結晶引上中の後半に結晶径を増加させている。従来法により液面位置を測定する場合には、直径増加に起因した液面形状変化の影響により測定値が変化したが、筆者らはシミュレーションに基づいた補正で測定誤差を除去している⁶⁾。一方、本方法では何ら補正を行うことなく、直径変動に影響されない測定ができています。

5.2 測定精度検証テスト

オンラインで液面

Fig.11 Comparison of melt level measurement between this method and shield image method

位置の測定精度を検証する場合、比較対象となる検証データを採取することは非常に困難である。そのため、今回は、まず結晶引上を途中で中断し、その後、単結晶インゴットを融液に接触させたまま坩堝とインゴットを同時に 35mm 低下させ、その後、元の位置に上昇させる手法を用いて検証を行った。図 12 にシールド下端と液面との距離（以下、GAP と記す）の測定結果を黒四角で、坩堝移動距離から算出した GAP との差を白抜き四角で示す。両者の対応は非常に良好であり、GAP 測定誤差は $\pm 0.6\text{mm}$ 以内であることが確認できた。

Fig.12 Comparison between the measured GAP change by this method and the GAP change by crucible position change

5・3 制御適用テスト 図 13 に結晶直胴部引上における、本測定方法を用いた制御適用テストの結果を示す。図中の実線は制御中の液面位置の測定値を示している。本適用試験では測定値を基に、制御開始時の液面位置を一定に保つように PID 制御している。制御は引上率 10%の時点から開始した。引上率 10%以下の領域は結晶径を目標直径まで増加させる肩工程から直胴部への移行部であり、直径制御が不安定である。本テスト時には直胴工程移行後に直径が減少したため、フュージョンリングが結晶により遮られた。そのため測定値に誤差が生じている。しかし、制御開始後はほぼ一定となり液面位置測定値の変動は $\pm 0.5\text{mm}$ 以下であった。一方、図中の灰色線は本制御で補正された坩堝位置補正量を示す。制御中、坩堝位置補正量は坩堝位置を上昇させたことを示すプラス方向になる。この

Fig.13 Result of the melt level control with online measurement

結果は、制御を行わなかった場合には、液面位置が降下していた事を意味している。

なお、種々の Si 単結晶育成炉において、例えば重量式直径測定を採用している引上炉ではフュージョンリング視野が十分確保されていない場合がある。そのような育成炉において液面位置のオンライン測定技術を適用する場合には、本方法を適用するにしろ、従来方法を適用するにしろシールド形状等の改造が必要となる。その際の改造は従来方法の方が容易である場合が多い。そのため、Si 単結晶育成炉の構造に応じて本方法と従来方法を使い分けて適用すべきであることを付記する。

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 単結晶の引上炉における液面位置を単結晶周囲に発生するフュージョンリングを用いてオンライン測定する技術を開発した。本技術を実機試験により検証した結果、液面位置変動を $\pm 0.6\text{mm}$ で測定可能であり、結晶引上中の液面位置制御に適用可能なことを示した。

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., Online Measurement Technique for Diameter Profile of Si Crystal in Growth Furnace of Czochralski Method, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineering, Series A*, Vol.73 (2007), pp.1-6.

- (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., Sueoka, K., Fukutani, S., Online Measurement Technique for Melt Surface Level of Si Crystal in Growth Furnace of Czochralski Method, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineering, Series A*, Vol.73 (2007), pp. 2976-2981.
 - (7) Yoshimura, Y., Yonaiyama, M, *Engineering Mechanics*, (2004), pp.99-114, 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.
-