17. 赤外レーザー散乱法・干渉法によるシリコン結晶中の微小欠陥の可視化

中居克彦* 池松陽一** 高橋 淳*** 井上宜治****

【シリコンウエハ中の結晶欠陥とウエハ品質】 シリコンウエハ中の結晶欠陥は、その上に構成されるデバイスの動作特性に影響を与える。シリコンウエハ表面近傍に存在する結晶欠陥はデバイス特性劣化の原因となり、シリコンウエハ内部に存在する結晶欠陥はデバイス動作に悪影響を与える重金属不純物を吸収して表面を清浄に保つ作用がある。そのため、シリコンウエハ表面、および内部の結晶欠陥を把握し、最適な状態に制御することはシリコンウエハの品質向上のため重要となる。

【赤外レーザー散乱法・干渉法の原理】 シリコン中の結晶欠陥を評価する手法として従来は選択エッチング、X線トポグラフなどが用いられてきたが、近年赤外レーザーを用いた評価法が開発された。現在赤外レーザーによる欠陥評価手法としては、赤外レーザー散乱法、赤外レーザー明視野干渉法の二種類が主に用いられている。図1は赤外レーザー散乱法の一種である90度散乱法、図2はプリュースター照明法の光学系を示す。90度散乱法⁽¹⁾はシリコンウエハ内部、プリュースター照明法はシリコンウエハ表面付近の結晶欠陥を観察するための光学配置となっている。90度散乱法は光源として波長1.06 μm のYAGレーザーを用いる。ウエハ表面のミラー面からレーザーを入射させ、劈開面を通して出てくるウエハ内部の結晶欠陥からの散乱光をTVカメラで受光する。散乱光のp偏光、s偏光成分の強度比から欠陥ウエハ表面の異物を識別することが可能となる。プリュースター照明法⁽²⁾は光源として波長約700 nm、あるいは波長532 nmの半導体レーザーを用い、ウエハ表面からプリュースター角でレーザーを入射させ、表面近傍の結晶欠陥からの散乱光をTVカメラで受光する。波長約700 nmのレーザーを用いた場合、シリコンに対するレーザーの進入深さは約5 μm になるので、表面から約5 μm の深さにある結晶欠陥が検出される。波長532 nmのレーザーの場合進入深さは約1 μm であ

図2 赤外レーザー明視野干渉法の光学系。

図3 欠陥位置のレーザーマーキングシステム。

図1 赤外レーザー散乱法の光学系。

り、より浅い領域の欠陥が観察される。図3は赤外レーザー明視野干渉法⁽³⁾の光学系である。赤外レーザー明視野干渉法は赤外レーザーを二偏光分岐してウエハの一面所に入射し、透過光を互いに干渉させることで、欠陥に起因する位相差を検出する。一般に知られているノマルスキー型顕微鏡と同様の原理である。光源としては波長1.3 μm のYLFレーザーを用いる。入射レーザーはノマルスキーウエッジ1で互いに垂直に直線偏光した二つのビームAとBに分離され、0.5 μm ずつ重なり合った状態に配置されている。どちらか一方の入射ビームに欠陥が存在した場合、欠陥に起因した位相差が生じ、検出器1, 2を通して位相差は電圧信号として検出される。

* ワッカーエスエスシーイー R & D グループマネージャー(〒743-0063 光市島田3434)

** 新日本製鐵株式会社先端技術研究所主任研究員

*** 新日本製鐵株式会社先端技術研究所主任研究員

**** 新日本製鐵株式会社鉄鋼研究所主任研究員

Observation of Crystal Defect in Silicon Crystal by Infrared Laser Scattering and Infrared Laser Interference; Katsuhiko Nakai*, Youichi Ikematsu**, Jun Takahashi***, Yoshiharu Inoue****(*R & D Group, Wacker NSCE. **,***Advanced Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corporation. ****Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corporation, Futsu)

Keywords: silicon crystal, crystal defect, void, dislocation, infrared laser scattering, infrared laser interferometer

2002年7月24日受理

	明視野干渉法	90度散乱法	プリュースター照明法
原 理	位相差	光散乱	光散乱
性 能	欠陥密度 $10^6 \sim 5 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$	$10^6 \sim 10^{10} \text{ cm}^{-3}$	$10^0 \sim 10^9 \text{ cm}^{-3}$
	欠陥サイズ 約 40 nm 以上	約 20 nm 以上	約 30 nm 以上
検出可能な欠陥	ボ イ ド	可 能	可 能
	転 位	可 能	不 可 能
	酸素析出物	可 能	可 能

図4 赤外レーザー明視野干渉法による欠陥像。

【特徴】

(1) 選択エッチング、X線トポグラフなど他の欠陥評価法に比べて、より低密度($\sim 10^5/\text{cm}^3$)で微小($\sim 20 \text{ nm}$)な欠陥が検出できる。

(2) 非破壊でウエハ内部の結晶欠陥を観察できる。

(3) 結晶欠陥からの散乱光強度を計測することで、欠陥サイズの情報得られる。欠陥形態が非対称の場合、入射レーザーの偏光方向と欠陥形態との相対関係によって散乱強度が変化するので欠陥形態の推定が可能である⁽⁴⁾。

【性能・限界】表1に各種評価法の検出限界を示す。シリコン中の欠陥のうち、散乱を引き起こすボイドや酸素析出物などは赤外レーザー散乱法、赤外レーザー干渉法双方で観察可能である。シリコン中の転位は、歪みによる屈折率変化の異方性を位相差として検出するため、赤外レーザー干渉法で観察可能である。

【測定方法・測定装置に関する文献】

- (1) 守矢一男, 応用物理, **55**(1886), 542-569.
- (2) 守矢一男, 平井克幸, 矢崎 昭: 半導体・集積回路第45回シンポジウム講演論文集, (1993), 82-87.
- (3) J. S. Batchelder *et al.*: Appl. Phys. Lett., **55**(1989), 215-217.
- (4) J. Takahashi, K. Kawakami and K. Nakai: J. Appl. Phys., **89**(2001), 5949-5960.

【応用範囲】シリコンウエハの表面欠陥、内部欠陥の個数、サイズ分布の測定などに適用される。また、非破壊で観察できる特性を利用してウエハ表面近傍の欠陥位置を正確に特定し、その箇所を集束イオンビームでサンプリングすることで、非常に低密度($10^6/\text{cm}^3$ 程度)な結晶欠陥の透過型電子顕微鏡観察を可能にすることができる⁽⁵⁾。図4にプリュースター照明法を利用した欠陥位置マーキングシステムの概略図を示す。このシステムはウエハ表面から1 μm程度の深さにある結晶欠陥を探し出して、その位置に数 μmのレーザーマーキングを打つ。レーザーマーキングの位置を元にして観察した欠陥を含むような薄膜試料を作成することで、透過型電子顕微鏡観察による観察が可能となる。その他にウエハ表面に目印となる幾何学的パターンを刻んでおき、そのパターンと欠陥との相対的位置関係から薄膜試料サンプリング位置を特定する方法もある⁽⁶⁾。

【応用例】シリコン結晶育成中に形成される成長時導入欠陥の赤外レーザー法による観察例、および赤外レーザー法で位置を特定した欠陥を透過型電子顕微鏡で観察した例を示す。

【試料調整法】シリコンウエハを赤外レーザー散乱法、あるいは赤外レーザー明視野干渉法で観察した。結晶欠陥の位置を特定した後、集束イオンビームにて薄膜試料を作成して、200 kVの加速電圧で透過型電子顕微鏡観察を行った。

【使用装置】90度散乱法: BMD アナライザー(三井金属鉱業株式会社)

プリュースター照明法: LSTD スキャナー(三井金属鉱業株式会社)

明視野干渉法: Optical Precipitate Profiler(アクセントオプティカルテクノロジーズ株式会社†)

† 現在は製造中止

【観察例の概要】図4は引上速度1.2 mm/min、0.4 mm/minで育成したシリコン単結晶から切り出したシリコンウエハ中に存在する成長時導入欠陥の赤外レーザー明視野干渉像である。得られた欠陥画像の形態から、引上速度によって異なるタイプの結晶欠陥が存在していることが示唆される。図5は

図5 シリコン結晶中のボイドの透過型電子顕微鏡観察例。

図6 シリコン結晶中の転位クラスターの透過型電子顕微鏡観察例。

引上速度1.2 mm/minの結晶に存在していた結晶欠陥を透過型電子顕微鏡で観察した例である⁽⁵⁾。この結晶欠陥は八面体状のボイドが二個連なったものであることがわかった。ボイドは結晶育成中に原子空孔が凝集して形成されたものと推察される。図6は引上速度0.4 mm/minの結晶に存在していた欠陥を透過型電子顕微鏡で観察した例である⁽⁶⁾。この欠陥は数十 μmにわたる転位クラスターであり、その中央部には格子間原子型の積層欠陥が存在することがわかった。積層欠陥は結晶育成中に格子間原子が凝集して形成されたものであり、転位はそのエッジ部から発生したものと推察される。

【観察例に関する文献】

- (5) Y. Ikematsu, T. Mizutani, K. Nakai, M. Fujinami, M. Hasebe and W. Ohashi: Jpn J. Appl. Phys., **37**(1998), L196-199.
- (6) K. Nakai, M. Hasebe, K. Ohta and W. Ohashi: J. Crystal Growth, **210**(2000), 20-25.