



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109477241 B

(45) 授权公告日 2021.05.18

(21) 申请号 201780043227.6

(22) 申请日 2017.02.23

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109477241 A

(43) 申请公布日 2019.03.15

(30) 优先权数据
2016-136639 2016.07.11 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2019.01.11

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2017/006727 2017.02.23

(87) PCT国际申请的公布数据
W02018/012019 JA 2018.01.18

(73) 专利权人 胜高股份有限公司
地址 日本东京都

(72) 发明人 鸟越和尚 小野敏昭

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 张桂霞 杨骥

(51) Int.Cl.
G30B 29/06 (2006.01)
G30B 15/20 (2006.01)
H01L 21/02 (2006.01)
H01L 21/66 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 107810545 A, 2018.03.16
JP H0982768 A, 1997.03.28
CN 101002310 A, 2007.07.18
CN 103650125 A, 2014.03.19
CN 103189740 A, 2013.07.03
CN 105332061 A, 2016.02.17
JP H04134840 A, 1992.05.08

审查员 游巧

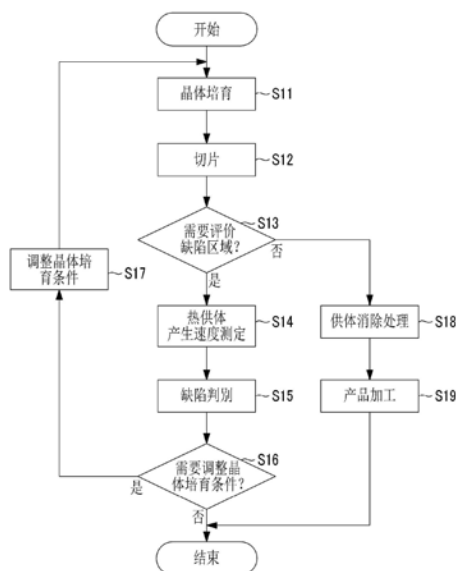
权利要求书2页 说明书8页 附图7页

(54) 发明名称

硅晶片的评价方法及制造方法

(57) 摘要

本发明的课题在于减少时间与成本而以简便的方法来评价硅晶片的缺陷区域的有无及种类。一种硅晶片的评价方法,其为从通过切克劳斯基法培育的单晶硅锭切出的硅晶片的评价方法,其中,测定对硅晶片施以热供体产生热处理时产生的热供体的产生速度(S14),根据该热供体的产生速度来判别晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类(S15)。



1. 一种硅晶片的评价方法,其为从通过切克劳斯基法培育的单晶硅锭切出的硅晶片的评价方法,该硅晶片的评价方法的特征在于,

测定对所述硅晶片施以热供体产生热处理时产生的热供体的产生速度,根据该热供体的产生速度来判别晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类,

在所述热供体的产生速度的测定中,

求出第1热供体产生速度,该第1热供体产生速度为在从所述单晶硅锭切出的第1硅晶片含氧簇的状态下施以所述热供体产生热处理时,在所述第1硅晶片上的第1测定点产生的热供体的产生速度,

求出第2热供体产生速度,该第2热供体产生速度为对与所述第1硅晶片不同的第2硅晶片依次施以供体消除处理及所述热供体产生热处理时,在所述第2硅晶片上的第2测定点产生的热供体的产生速度,

在所述晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类的判别中,

根据所述第1热供体产生速度相对于所述第2热供体产生速度之比即热供体产生速度比,判别所述第1硅晶片上的所述第1测定点相当于含OSF核的区域、含空隙缺陷的区域或无缺陷区域中的哪一个,

在所述热供体的产生速度的测定中,测定所述硅晶片的电阻率,根据所述电阻率从欧文曲线求出载流子浓度,根据所述热供体产生热处理前后的载流子浓度求出热供体产生量,从所述热供体产生热处理的时间与所述热供体产生量的关系求出所述热供体的产生速度。

2. 根据权利要求1所述的硅晶片的评价方法,其中,

通过在沿着所述硅晶片的径向设置的多个测定点分别测定所述热供体的产生速度,制作所述硅晶片的径向的晶体缺陷图。

3. 根据权利要求1所述的硅晶片的评价方法,其中,

所述热供体产生速度比在第1速度范围内时,判别为所述第1硅晶片上的所述第1测定点是无缺陷区域;

所述热供体产生速度比在高于所述第1速度范围的第2速度范围内时,判别为所述第1硅晶片上的所述第1测定点是含空隙缺陷的区域;

所述热供体产生速度比在高于所述第2速度范围的第3速度范围内时,判别为所述第1硅晶片上的所述第1测定点是含OSF核的区域。

4. 根据权利要求1所述的硅晶片的评价方法,其中,

所述热供体产生热处理是在430°C以上、480°C以下且2小时以上、4小时以下的热处理。

5. 根据权利要求1所述的硅晶片的评价方法,其中,

施以450°C且4小时的所述热供体产生热处理时,所述热供体产生速度比为1.3以上、小于1.7时,判别为所述第1硅晶片上的所述第1测定点是无缺陷区域。

6. 根据权利要求1所述的硅晶片的评价方法,其中,

施以450°C且4小时的所述热供体产生热处理时,所述热供体产生速度比为1.7以上、小于1.9时,判别为所述第1测定点是含空隙缺陷的区域。

7. 根据权利要求1所述的硅晶片的评价方法,其中,

施以450°C且4小时的所述热供体产生热处理时,所述热供体产生速度比为1.9以上、小

于2.3时,判别为所述第1测定点是含OSF核的区域。

8. 根据权利要求1~7中任一项所述的硅晶片的评价方法,其中,所述第1硅晶片和第2硅晶片是从所述单晶硅锭连续切出的硅晶片。

9. 一种硅晶片的制造方法,其特征在于,通过切克劳斯基法培育第1单晶硅锭;

测定对从所述第1单晶硅锭切出的评价用硅晶片施以热供体产生热处理时产生的热供体的产生速度,根据该热供体的产生速度的测定结果来判别所述评价用硅晶片中的晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类;

根据所述第1单晶硅锭的培育条件及所述评价用硅晶片中的晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类的判别结果,调整第2单晶硅锭的培育条件,从所述第2单晶硅锭切出产品用硅晶片,

在所述热供体的产生速度的测定中,

求出第1热供体产生速度,该第1热供体产生速度为在从所述单晶硅锭切出的第1硅晶片含氧簇的状态下施以所述热供体产生热处理时,在所述第1硅晶片上的第1测定点产生的热供体的产生速度,

求出第2热供体产生速度,该第2热供体产生速度为对与所述第1硅晶片不同的第2硅晶片依次施以供体消除处理及所述热供体产生热处理时,在所述第2硅晶片上的第2测定点产生的热供体的产生速度,

在所述晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类的判别中,

根据所述第1热供体产生速度相对于所述第2热供体产生速度之比即热供体产生速度比,判别所述第1硅晶片上的所述第1测定点相当于含OSF核的区域、含空隙缺陷的区域或无缺陷区域中的哪一个。

10. 根据权利要求9所述的硅晶片的制造方法,其中,通过调整所述第2单晶硅锭的培育条件,培育具有无缺陷区域的所述第2单晶硅锭。

11. 根据权利要求9所述的硅晶片的制造方法,其中,通过调整所述第2单晶硅锭的培育条件,培育具有含空隙缺陷的区域的所述第2单晶硅锭。

12. 根据权利要求9所述的硅晶片的制造方法,其中,通过调整所述第2单晶硅锭的培育条件,培育具有含OSF核的区域的所述第2单晶硅锭。

13. 根据权利要求9至12中任一项所述的硅晶片的制造方法,其中,调整所述第2单晶硅锭的提拉速度,作为所述第2单晶硅锭的培育条件。

14. 根据权利要求9至12中任一项所述的硅晶片的制造方法,其中,对所述产品用硅晶片施以供体消除处理。

硅晶片的评价方法及制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种硅晶片的评价方法及制造方法,尤其涉及一种通过切克劳斯基法(以下,称为“CZ法”)制造的硅晶片的晶体缺陷区域的评价方法。

背景技术

[0002] 在用于半导体材料的单晶硅的制造中有各种方法,但一般使用CZ (Czochralski (切克劳斯基))法或FZ (Floating Zone (悬浮区熔法))法。CZ法是以加热器将已填充于石英坩埚的多晶原料加热熔融之后,将籽晶浸渍于该熔液,通过旋转的同时向上方提拉该籽晶,而使单晶生长的方法。并且,FZ法是以高频加热熔融多晶原料棒的一部分而制作熔融区域,一边使该熔融区域移动、一边使单晶生长的方法。由于所述CZ法容易形成大直径的晶体,因此从以CZ法制造的单晶硅切出的晶片被用作高集成度半导体元件基板。

[0003] 通过CZ法制造的硅晶片,在1000~1200℃的酸性气氛下受到1~10小时的热氧化处理时,会有产生呈现环状的氧化诱生层错(以下,称为OSF (Oxidation induced Stacking Fault)环)的情形。另外,形成几种微缺陷(以下,称为原生(Grown-in)缺陷)。

[0004] 在晶体内的OSF环的产生部位是由单晶硅的生长速度(提拉速度) V 与在培育的单晶硅的熔点至1300℃的温度区内的提拉轴方向的晶体温度梯度 G 之比 V/G 来决定的。在 V/G 大于OSF环在晶体中心部消失的临界值时,空孔凝聚而形成0.1 μm 左右的八面体的空穴(空隙(void))缺陷,在制造MOS型LSI时使栅极氧化膜的耐压劣化、或产生元件隔离区的隔离不良。而且,使用沟槽式电容器(Trench Capacitor)时,会导致电容器间的击穿(punch-through)等的特性不良。另一方面,在 V/G 小于临界值时,晶格间的硅凝聚而形成位错簇(dislocation cluster),导致PN接合泄漏等的特性不良。

[0005] 为了应对这种问题,从以往就提出有许多方法。例如在专利文献1中,提出有如下方法:控制单晶培育时的提拉速度 V 与晶体内的温度梯度 G 之比 V/G ,培育均未产生原生缺陷、OSF环的区域(以下为无缺陷区域)。

[0006] 作为原生缺陷、OSF环等的评价方法,已知有例如通过红外散射断层摄影仪检测空隙缺陷的方法、以显微镜观察通过在上述的1000~1200℃的热氧化处理后进行蚀刻而显现的OSF环的方法等。

[0007] 并且,在专利文献2、3中,记载有通过所谓的铜装饰(copper decoration)法来分析、评价硅晶片的晶体缺陷的方法。例如专利文献2中所记载的分析方法具备:在裸晶片的表面上形成指定厚度的热氧化膜的阶段;蚀刻裸晶片的背侧的阶段;在裸晶片的缺陷部位执行铜装饰的阶段;及在铜装饰执行阶段以后分析装饰有铜的晶片的缺陷部位的阶段。在分析阶段中,在以肉眼分析装饰有铜的晶片的缺陷部位的分布及密度之外,以透射电子显微镜(TEM)或扫描电子显微镜(SEM)分析被铜装饰的晶片的缺陷部位的形态(morphology)。

[0008] 而且,在专利文献3中,记载有通过将铜污染后的试样热处理后快速冷却的铜装饰法,评价以CZ法制造的单晶硅中的晶体缺陷的方法。在该评价方法中,对晶体中的晶

格间氧浓度为 10×10^{17} atoms/cm³ (ASTM' 79) 以下的低氧浓度的单晶硅施以铜装饰法,以高感度检测存在OSF或成为OSF的核的区域。

[0009] 在专利文献4中,记载有通过测定在450℃左右的低温下将硅晶片退火时从晶格间的氧生成的热供体引起的晶片的电阻率,评价外延晶片中的外延层、DZ层的膜厚测定等关于氧浓度分布的晶片结构的方法。

[0010] 现有技术文献

[0011] 专利文献

[0012] 专利文献1:日本特开平8-330316号公报

[0013] 专利文献2:日本特开平10-227729号公报

[0014] 专利文献3:日本特开2001-81000号公报

[0015] 专利文献4:日本特开平9-82768号公报

发明内容

[0016] 发明所要解决的技术问题

[0017] 然而,以往的一般的硅晶片的晶体缺陷的评价方法需要与晶体缺陷的种类相应的多个热处理、蚀刻工序,存在在评价中耗费时间与成本等问题。

[0018] 并且,利用了铜装饰法的硅晶片的晶体缺陷的评价方法能够同时评价有无原生缺陷区域、OSF环区域,但是为了铜装饰而需要数十小时的热处理工序,存在欠缺简便性等问题。

[0019] 因此,本发明的目的在于提供一种能够减少时间与成本而以简便的方法来评价硅晶片的晶体缺陷区域的有无及种类的硅晶片的评价方法及制造方法。

[0020] 用于解决技术问题的方案

[0021] 为了解决上述问题,根据本发明的硅晶片的评价方法为从通过CZ法培育的单晶硅锭切出的硅晶片的评价方法,其特征在于,测定对所述硅晶片施以热供体产生热处理时产生的热供体的产生速度,根据该热供体的产生速度来判别晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类。

[0022] 根据本发明,对从一边控制V/G、一边通过CZ法培育的单晶硅锭切出的硅晶片施以热处理,通过测定根据施以该热处理造成的电阻率的变化产生的热供体产生速度,能够简便地评价晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类。

[0023] 根据本发明的硅晶片的评价方法优选为:求出第1热供体产生速度,该第1热供体产生速度为在从所述单晶硅锭切出的第1硅晶片含氧簇的状态下施以所述热供体产生热处理时,在所述第1硅晶片上的第1测定点产生的热供体的产生速度;求出第2热供体产生速度,该第2热供体产生速度为对与所述第1硅晶片不同的第2硅晶片依次施以供体消除(Donor killer)处理及所述热供体产生热处理时,在所述第2硅晶片上的第2测定点产生的热供体的产生速度;根据所述第1热供体产生速度相对于所述第2热供体产生速度之比即热供体产生速度比,判别所述第1硅晶片上的所述第1测定点相当于含OSF核的区域、含空隙缺陷的区域或无缺陷区域中的哪一个。在此,硅晶片含氧簇的状态是指对生成(as-grown)状态的硅晶片施以供体消除处理之前的状态。并且,无缺陷区域是指不含原生缺陷且在评价热处理后未产生OSF环的区域。如此,根据本发明,基于分别从具有供体消除处理

的有无的不同的两种晶片求得的第 1 及第 2 热供体产生速度,能够简便地评价晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类。

[0024] 根据本发明的硅晶片的评价方法优选为:所述热供体产生速度比在第 1 速度范围内时,判别为所述第 1 硅晶片上的所述第 1 测定点是含空隙缺陷的区域;所述热供体产生速度比在高于所述第 1 速度范围的第 2 速度范围内时,判别为所述第 1 测定点是含 OSF 核的区域。通过这种判别,能够简便地判定 OSF 环区域、含空隙缺陷的区域以及无缺陷区域。

[0025] 在本发明中,优选为所述热供体产生热处理是在 430℃ 以上、480℃ 以下且 2 小时以上、4 小时以下的热处理,更优选为 450℃ 且 4 小时的热处理。若为该热处理条件,则使氧簇活性化而能够进行基于热供体产生速度的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的评价。

[0026] 根据本发明的硅晶片的评价方法优选为:施以 450℃ 且 4 小时的所述热供体产生热处理时,所述热供体产生速度比为 1.3 以上、小于 1.7 时,判别为所述第 1 硅晶片上的所述第 1 测定点是含空隙缺陷的区域;所述热供体产生速度比为 1.7 以上、小于 1.9 时,判别为所述第 1 测定点是含 OSF 核的区域。通过这种判别,能够简便地判定 OSF 环的区域、含空隙缺陷的区域以及无缺陷区域。

[0027] 根据本发明的硅晶片的评价方法优选为:通过在沿着所述硅晶片的径向设置的多个测定点分别测定所述热供体的产生速度,制作所述硅晶片的径向的晶体缺陷图。

[0028] 根据本发明的硅晶片的评价方法优选为:测定所述硅晶片的电阻率,根据所述电阻率从欧文曲线 (Irvin curve) 求出载流子浓度,根据所述热供体产生热处理前后的载流子浓度求出热供体产生量,从所述热供体产生热处理的时间与所述热供体产生量的关系求出所述热供体产生速度。此时,优选为通过 4 探针法测定所述硅晶片的电阻率。

[0029] 并且,根据本发明的硅晶片的制造方法,其特征在于,通过切克劳斯基法培育第 1 单晶硅锭;测定对从所述第 1 单晶硅锭切出的评价用硅晶片施以热供体产生热处理时产生的热供体的产生速度,根据该热供体的产生速度的测定结果来判别所述评价用硅晶片中的晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类;根据所述第 1 单晶硅锭的培育条件及所述评价用硅晶片中的晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类的判别结果,调整第 2 单晶硅锭的培育条件,从所述第 2 单晶硅锭切出产品用硅晶片。

[0030] 根据本发明的硅晶片的制造方法,通过调整所述第 2 单晶硅锭的培育条件,可培育具有无缺陷区域的所述第 2 单晶硅锭,也可培育具有含空隙缺陷的区域的所述第 2 单晶硅锭,也可培育具有含 OSF 核的区域的所述第 2 单晶硅锭。并且,在本发明中,优选为调整所述第 2 单晶硅锭的提拉速度,作为所述第 2 单晶硅锭的培育条件。如此,使用根据热供体产生速度的评价结果,能够分开制作各种类型的硅晶片。

[0031] 在本发明中,优选为对所述产品用硅晶片施以供体消除处理。由此,能够提供一种无热供体的影响的硅晶片产品。

[0032] 发明效果

[0033] 根据本发明,能够提供一种能够以减少时间与成本且简便的方法来评价硅晶片

的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的硅晶片的评价方法及制造方法。

附图说明

- [0034] 图1是用于说明根据本发明的实施方式的硅晶片的制造方法的流程图。
- [0035] 图2是表示V/G与晶体缺陷的种类及分布的一般关系的图。
- [0036] 图3是表示热供体产生速度测定工序的流程图。
- [0037] 图4是表示晶片中的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的判别工序的流程图。
- [0038] 图5是表示上述晶片样品A1~A3、B1~B3的热供体产生速度与热供体产生热处理时间的关系的图表。
- [0039] 图6是表示求出施以450℃且4小时的热供体产生热处理时的在OSF环产生区域、含空隙缺陷的区域、无缺陷区域的热供体产生速度与氧浓度的关系的结果的图表。
- [0040] 图7是表示在图6中,将无供体消除处理的晶片的在各测定点的热供体产生速度以有供体消除处理的晶片的在同一测定点的热供体产生速度标准化后的图表。

具体实施方式

- [0041] 以下,一边参考附图,一边对本发明的优选的实施方式进行详细说明。
- [0042] 图1是用于说明根据本发明的实施方式的硅晶片的制造方法的流程图。
- [0043] 如图1所示,根据本实施方式的单晶硅的制造方法具有:通过CZ法培育单晶硅锭的晶体培育工序(S11);从单晶硅锭切出硅晶片的切片工序(S12);在需要评价硅晶片的晶体缺陷区域时进行的热供体产生速度测定工序(S13“是”、S14);从热供体产生速度的测定结果判别晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的判别工序(S15);以及根据晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的判别结果调整后续的单晶硅锭的培育条件的调整工序(S16“是”、S17)。
- [0044] 并且,根据本实施方式的单晶硅的制造方法具有:在不需要硅晶片的评价时进行的供体消除处理工序(S18);以及对供体消除处理后的硅晶片进行的镜面抛光等产品加工工序(S19)。
- [0045] 通过CZ法培育的单晶硅所含的晶体缺陷的种类、分布依赖于单晶硅的提拉速度与提拉轴方向的晶体温度梯度G之比V/G。因此,为了控制单晶硅中的晶体品质,需要精确地控制V/G。然而,在一定条件下培育的单晶硅锭(第1单晶硅锭)是否具有期望的晶体品质,若不试着实际评价晶体品质,则不会知道。
- [0046] 因此,在本实施方式中评价从单晶硅锭切出的晶片中的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类。评价了晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类,其结果未满足期望的晶体品质时,将该评价结果反馈至后续的单晶硅锭(第2单晶硅锭)的培育工序,调整晶体提拉速度V等晶体培育条件以使其达成期望的晶体品质。
- [0047] 图2是表示V/G与晶体缺陷的种类及分布的一般关系的图。
- [0048] 如图2所示,在V/G大的情况下空孔成为过剩,而产生空孔的凝聚体即空隙缺陷。空隙缺陷是一般被称为COP(Crystal Originated Particle(晶体原生粒子))的晶体缺陷。另一方面,在V/G小的情况下晶格间的硅原子成为过剩,而产生晶格间硅的凝聚体即位

错簇。因此,为了制造均不含COP、位错簇 的单晶,必须对单晶的径向及长度方向(晶体生长方向)这两者控制V/G。

[0049] 由于晶体提拉速度V在单晶的径向的任何位置都是恒定的,因此为了使径 向的晶体温度梯度G落于指定的范围内,需要在腔室内构筑适当的高温区域(热区)。径向的晶体温度梯度G通过设置在硅熔液的上方的热屏蔽体控制,由此能够在固液界面附近构筑适当的热区。另一方面,由于长度方向的晶 体内温度梯度G不只依赖于热区结构,还依赖于晶体提拉速度V,因此需要调整单晶提拉速度V。目前,通过严格地控制晶体提拉速度V,可批量生产不含 COP、位错簇的直径300mm的单晶硅。

[0050] 然而,控制V/G而提拉的不含COP及位错簇的硅晶片的整个面绝非均质的,而是包含进行了热处理时的行为不同的多个区域。例如,在产生COP的区域与产生位错簇的区域之间,以V/G从大到小的顺序,存在OSF区域、Pv区域、Pi区域这三个区域。

[0051] OSF区域是指在生成状态(单晶生长后尚未进行任何热处理的状态)含有板状氧析出物(OSF核),在1000~1200°C的高温下进行了热氧化处理时产生 OSF的区域。Pv区域是指在生成状态含有氧析出核,施以在低温及高温(例如 800°C与1000°C)的两个阶段的热处理时容易产生氧析出物的区域。Pi区域是指 在生成状态几乎不含氧析出核,即使施以热处理仍难以产生氧析出物的区域。

[0052] 如上述,V/G的控制主要是通过调整提拉速度V来进行。例如,尽管期望 主要含有无缺陷区域的晶片,但在制造了含有较多的含空隙缺陷的区域、OSF 环区域的晶片时,判断为V/G过大,减小晶体提拉速度V。相反,尽管期望主 要含有OSF环区域的晶片,但在制造了含有较多的无缺陷区域的晶片时,判断 为V/G过小,加大晶体提拉速度V。通过这种提拉速度V的调整,能够制造具 有期望的晶体品质的单晶硅锭。

[0053] 为了判断单晶硅锭是否满足期望的晶体品质,在本实施方式中测定从该锭 切出的硅晶片中的热供体的时间变化。

[0054] 在CZ法中,由于单晶硅是将填充于石英坩埚的多晶硅原料溶解而由其熔 液培育的,因此通常含有 10×10^{17} atoms/cm³ (ASTM F-121, 1979)左右的从石 英坩埚溶出的氧。该氧使晶片产生晶体缺陷而成为器件特性不良的原因,但在 另一方面,复杂地作用于,在器件的制造过程中提高晶片的强度而阻止变形、或在晶片内部形成具有捕获成为器件的动 作不良的原因的重金属的吸除(gettering)作用的氧析出物等。

[0055] 通常,硅中的氧原子为电中性,不会对其电阻造成影响。然而,由于以CZ 法制造的单晶硅是用石英坩埚培育的,因此在晶体中含有过饱和的氧,已知若 在450°C前后的低温下进行热处理,则几个氧原子聚集而形成氧簇,成为释放 电子的供体。

[0056] 通过450°C前后的热处理形成的热供体受到点缺陷的影响,因空孔优势区 域(COP区域、OSF环区域)与无缺陷区域的点缺陷浓度的不同而使热供体产 生速度不同。因此在本实施方式中,根据在硅晶片中产生的热供体的产生速 度,判别硅晶片中的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类。

[0057] 在热供体产生速度测定工序(S14)中,准备通过切片工序(S12)而从锭 连续切出的两片评价用硅晶片。两片评价用晶片优选通过线锯从锭切出且施以 粗抛光的晶片。然后,对一个晶片(第1晶片)不预先施以供体消除处理而进 行热供体产生热处理工序,并对另一个晶片(第2晶片)预先施以供体消除处 理之后进行热供体产生热处理,从这些第1及

第2晶片各自在热供体产生热处理前后的电阻率的变化,求出热供体产生速度。

[0058] 图3是表示热供体产生速度测定工序的流程图。

[0059] 如图3所示,热供体产生速度测定工序(S14)具有:准备生成状态的第1及第2晶片的准备工序(S20);测定第1晶片的电阻率的电阻率测定工序(S21);对电阻率测定后的第1晶片进行热供体产生热处理的热供体产生热处理工序(S22);测定热供体产生热处理后的第1晶片的电阻率的电阻率测定工序(S23);以及从热供体产生热处理前后的两个电阻率测定值计算第1热供体产生速度的工序(S24)。

[0060] 并且,热供体产生速度测定工序(S14)具有:对第2晶片进行供体消除处理的工序(S25);测定供体消除处理后的第2晶片的电阻率的电阻率测定工序(S26);对电阻率测定后的第2晶片进行与第1晶片同样的热供体产生热处理的热供体产生热处理工序(S27);测定热供体产生热处理后的第2晶片的电阻率的电阻率测定工序(S28);以及从热供体产生热处理前后的两个电阻率测定值计算第2热供体产生速度的工序(S29)。

[0061] 热供体产生热处理的温度优选为430~480℃,尤其优选为450℃。并且,热供体产生热处理的时间优选为1~4小时,进一步优选为2~4小时。供体消除处理是例如在600~700℃的非活性气体气氛中进行的短时间热处理,热处理时间例如为15分钟左右。

[0062] 硅晶片面内的电阻率能够通过所谓的4探针法进行测定。根据所测定的电阻率能够从欧文曲线求出载流子浓度,根据热供体产生热处理前后的载流子浓度能够求出热供体产生量,从热供体产生热处理的时间与热供体产生量的关系能够求出热供体产生速度。

[0063] 在本实施方式中,优选为沿着硅晶片的径向设定多个测定点,在各测定点进行电阻测定,根据测定结果计算热供体的产生速度。通过如此在每个测定点评价晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类,能够制作硅晶片的径向的缺陷图。

[0064] 图4是表示晶片中的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的判别工序的流程图。

[0065] 如图4所示,在晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类的判别工序(S15)中,计算第1热供体产生速度相对于第2热供体产生速度之比(S30);该值为1.3以上、小于1.7时,判别为无缺陷区域(S31“是”、S34);为1.7以上、小于1.9时,判别为含空隙缺陷的区域(S31“否”、S32“是”、S35);为1.9以上、小于2.3时,判别为含OSF核的区域(S31“否”、S32“否”、S33“是”、S36)。而且,不相当于任何数值范围时,判别为无法判别(S31“否”、S32“否”、S33“否”、S37)。

[0066] 如以上说明,根据本实施方式的硅晶片的评价方法中,从通过CZ法培育的单晶硅锭切出硅晶片,测定对硅晶片施以热供体产生热处理时产生的热供体的产生速度,根据该热供体的产生速度来判别晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类,因此能够短时间且简便地判别含OSF核的区域、含空隙缺陷的区域或无缺陷区域。并且,不需要如以往的评价方法那样施以例如铜装饰,就能够以较短时间的低温热处理来评价,能够减少时间与成本而以简便的方法来评价硅晶片的晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类。

[0067] 并且,根据本实施方式的硅晶片的制造方法中,测定对从先前的单晶硅锭切出的评价用硅晶片的热供体产生速度,根据该热供体产生速度的测定结果来判别评价用硅晶片中的晶体缺陷区域的有无或晶体缺陷的种类,根据该判别结果,调整后续的单晶硅锭的培育条件,因此能够简便地将晶体培育条件最佳化。

[0068] 以上,对本发明的优选的实施方式进行了说明,但本发明并不限于上述实施方式,能够在不脱离本发明的主旨的范围内进行各种变更,这些变更也当然包含于本发明的范围内。

[0069] 例如,在上述实施方式中,在热供体产生速度测定工序(S14)中,准备从单晶硅锭切出的第1及第2硅晶片,在对第2晶片进行供体消除处理(S25)之后,进行热供体产生热处理(S27)而计算第2热供体产生速度,但是在本发明中也能够省略那样的第2热供体产生速度的计算工序。即,也可为如下:先对与第2硅晶片同等的其他的硅晶片进行供体消除处理及热供体产生热处理而预先计算第2热供体产生速度并将其作成数据库,针对第2热供体产生速度使用从数据库读取的数据,仅测定第1热供体产生速度来评价晶体缺陷区域的有无及晶体缺陷的种类。

[0070] 实施例

[0071] 评价了晶体缺陷的种类对热供体产生速度造成的影响。在该评价试验中,通过CZ法培育了直径300mm、面取向(100)的P型单晶硅锭。此时,一边控制V/G,一边培育了单晶硅锭,以使其含有OSF环产生区域。该单晶硅锭的氧浓度为 $5 \times 10^{17} \sim 20 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM F-121, 1979)。将该单晶硅锭进行切片,从而得到含有OSF环产生区域的两片硅晶片样品A1、B1。在此,OSF环产生区域是指在评价热处理之后产生OSF环的区域,并且是指在生成状态含OSF核的区域。

[0072] 除了控制V/G以使其含有存在空隙缺陷的区域以外,在与样品A1、B1相同条件下培育单晶硅锭,将该单晶硅锭进行切片,从而得到含有存在空隙缺陷的区域的两片硅晶片样品A2、B2。

[0073] 除了控制V/G以成为无缺陷区域以外,在与样品A1、B1相同条件下制作单晶硅锭,将该单晶硅锭进行切片,从而得到含有无缺陷区域的两片硅晶片样品A3、B3。

[0074] 然后,为了消除在硅晶片的样品B1、B2、B3的晶体培育中产生的热供体,在700°C的氮气气氛下进行了15分钟的供体消除处理。

[0075] 在450°C的氮气气氛下,对从无供体消除处理的工艺分别准备的硅晶片的样品A1~A3(实施例1~3)以及从有供体消除处理的工艺分别准备的硅晶片的样品B1~B3(比较例1~3)进行热供体产生热处理,产生热供体。

[0076] 根据基于在JIS H 0602:1995中制定的4探针法的电阻率测定方法,测定各硅晶片的样品A1~A3、B1~B3的电阻率,根据该电阻率从欧文曲线求出载流子浓度。而且,根据热供体产生热处理前后的载流子浓度,求出热供体产生量,进一步从热处理时间与热供体产生量的关系求出热供体产生速度。

[0077] 图5是表示上述晶片样品A1~A3、B1~B3的热供体产生速度与热供体产生热处理时间的关系的图表,横轴表示热处理时间(h)、纵轴表示热供体产生速度(cm^{-3}/h)。并且,尤其该图表是仅仅以氧浓度满足 $11 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 的条件的晶片而汇总的图表。

[0078] 如图5所示,在热处理时间为4小时以内的情况下,OSF环产生区域、含空隙缺陷的区域以及无缺陷区域均是无供体消除处理(样品A1、A2、A3)的样品的热供体产生速度大于有供体消除处理(样品B1、B2、B3)的样品的热供体产生速度。并且,在有供体消除处理的情况下,在任意区域的热供体产生速度均相同,而在无供体消除处理的情况下,热供体产生速度是以OSF环产生区域、含空隙缺陷的区域、无缺陷区域的顺序变大。若热处理时间超过

4小时，则在无供体消除处理的情况下，热供体产生速度先上升而后减少。另一方面，在有供体消除处理的情况下，热供体产生速度会减少，16小时以后则在所有条件下的热供体产生速度变成相同。

[0079] 图6是表示求出施以450℃且4小时的热供体产生热处理时的在OSF环产生区域、含空隙缺陷的区域、无缺陷区域的热供体产生速度与氧浓度的关系的结果的图表，横轴表示氧浓度($\times 10^{17}$ atoms/cm³)、纵轴表示热供体产生速度 (cm⁻³/h)。

[0080] 如图6所示，在任意的氧浓度下均与图5同样地，无供体消除处理(样品A1、A2、A3)的晶片的热供体产生速度大于有供体消除处理(样品B1、B2、B3)的晶片的热供体产生速度。并且，在有供体消除处理的晶片的情况下，在任意区域的热供体产生速度均相同，而在无供体消除处理的晶片的情况下，热供体产生速度是以OSF环产生区域、含空隙缺陷的区域、无缺陷区域的顺序变大。

[0081] 图7是表示在图6中，将无供体消除处理的晶片的在各测定点的热供体产生速度以有供体消除处理的晶片的在同一测定点的热供体产生速度标准化的图表，横轴表示氧浓度($\times 10^{17}$ atoms/cm³)、纵轴表示热供体产生速度(标准值)。

[0082] 如图7所示，在无供体消除处理的晶片的无缺陷区域的热供体产生速度为有供体消除处理的晶片的热供体产生速度的1.3倍以上、小于1.7倍。并且，在无供体消除处理的晶片的含空隙缺陷的区域的热供体产生速度为有供体消除处理的晶片的热供体产生速度的1.7倍以上、小于1.9倍。而且，在无供体消除处理的晶片的OSF环产生区域的热供体产生速度为有供体消除处理的晶片的热供体产生速度的1.9倍以上、小于2.3倍。

[0083] 附图标记说明

[0084] S11-晶体培育工序，S12-切片工序，S13、S14-热供体产生速度测定工序，S15-判别工序，S16、S17-晶体培育条件调整工序，S20-晶片准备工序，S21-第1晶片的电阻率测定工序，S22-第1晶片的热供体产生热处理工序，S23-第1晶片的电阻率测定工序，S24-第1热供体产生速度计算工序，S25-第2晶片的供体消除处理工序，S26-第2晶片的电阻率测定工序，S27-第2晶片的热供体产生热处理工序，S28-第2晶片的电阻率测定工序，S29-第2热供体产生速度计算工序。

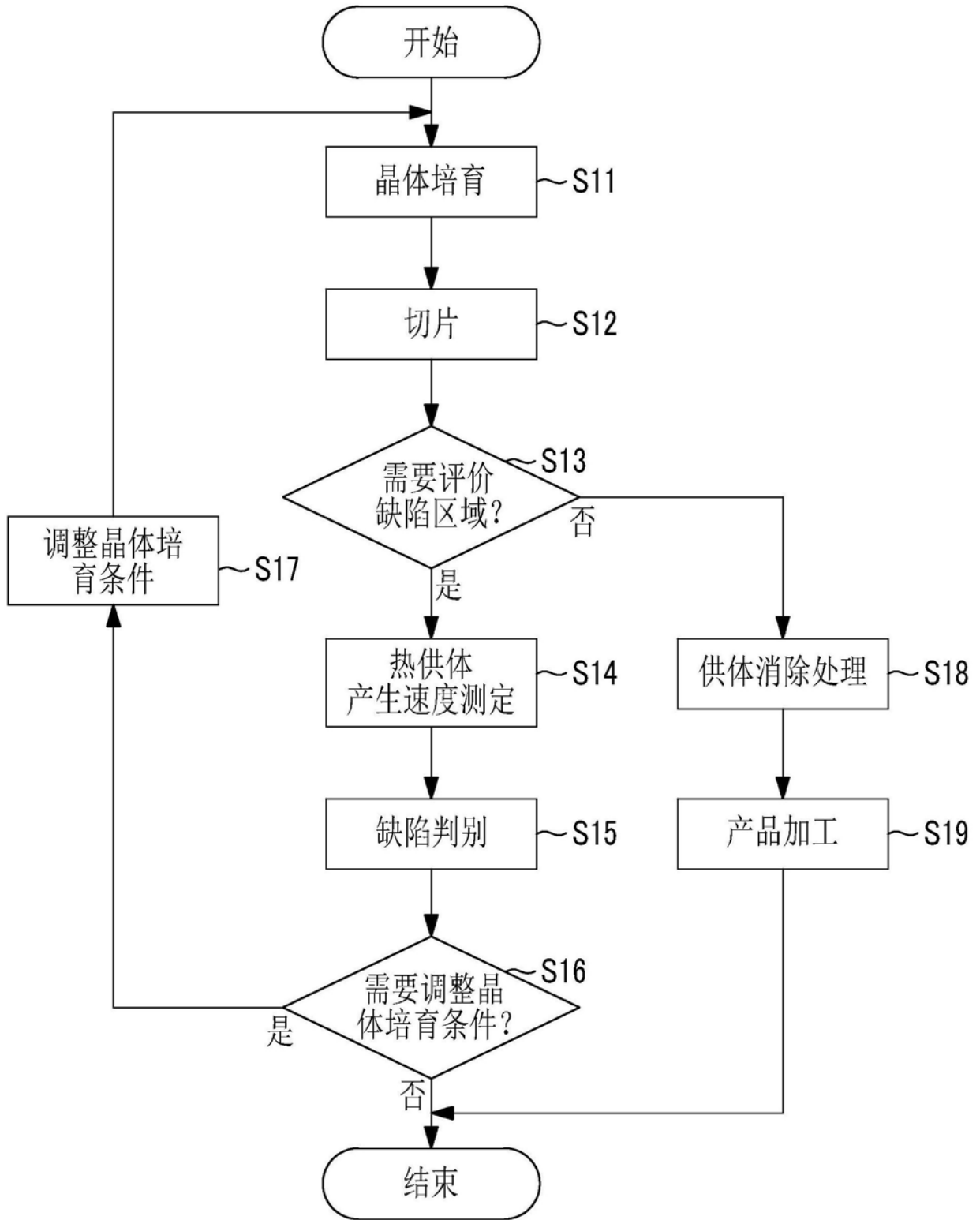


图1

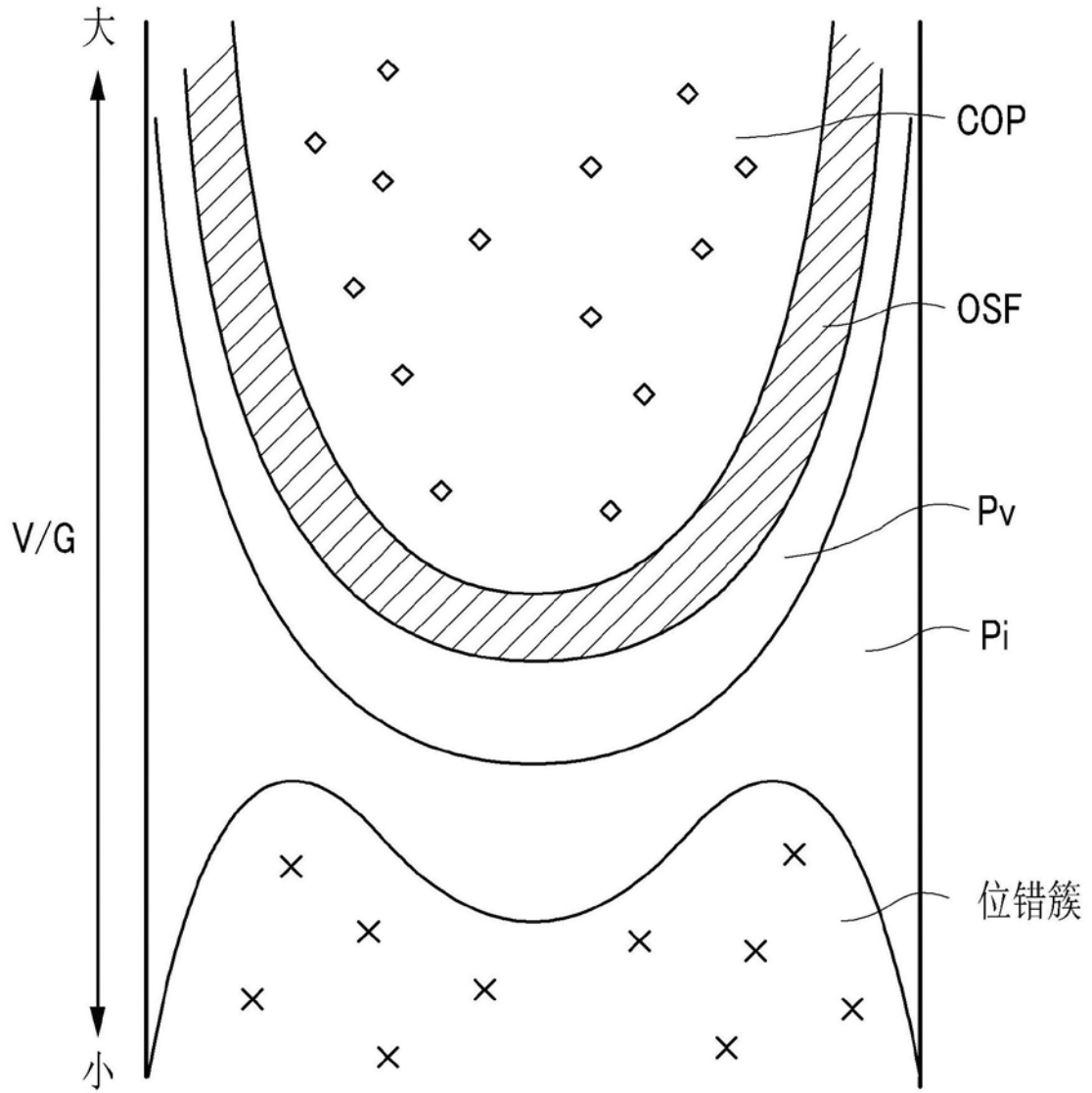


图2

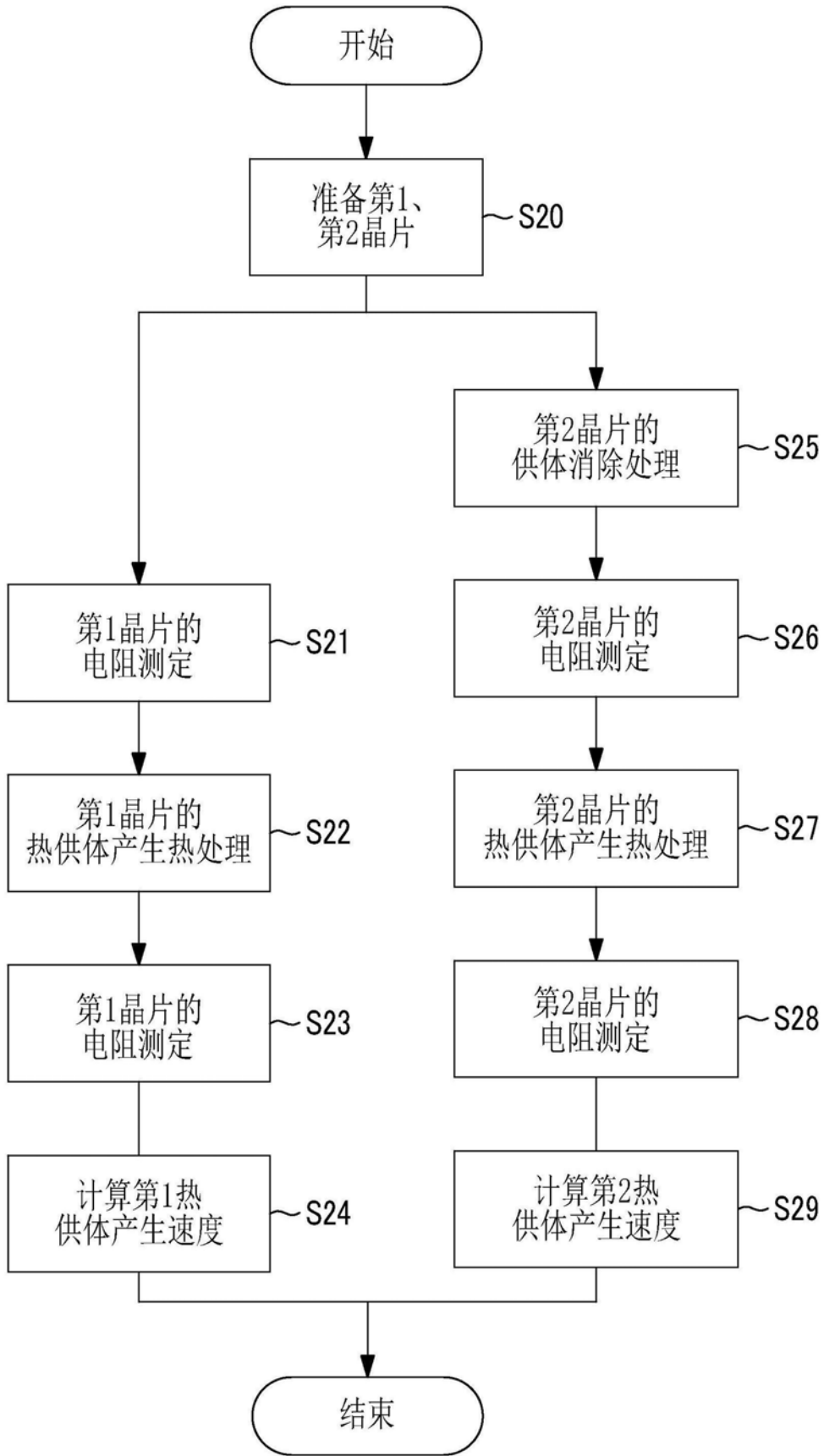


图3

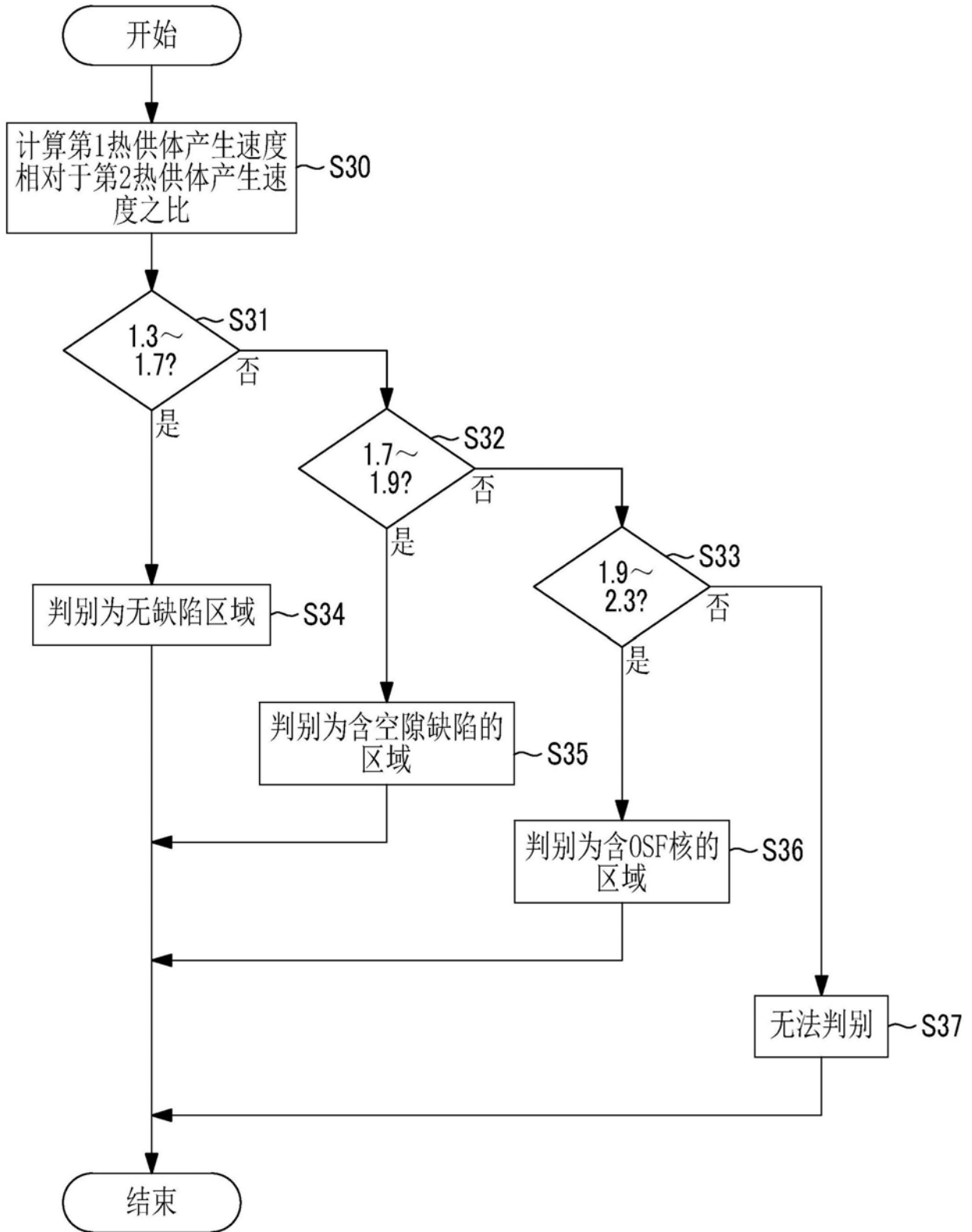


图4

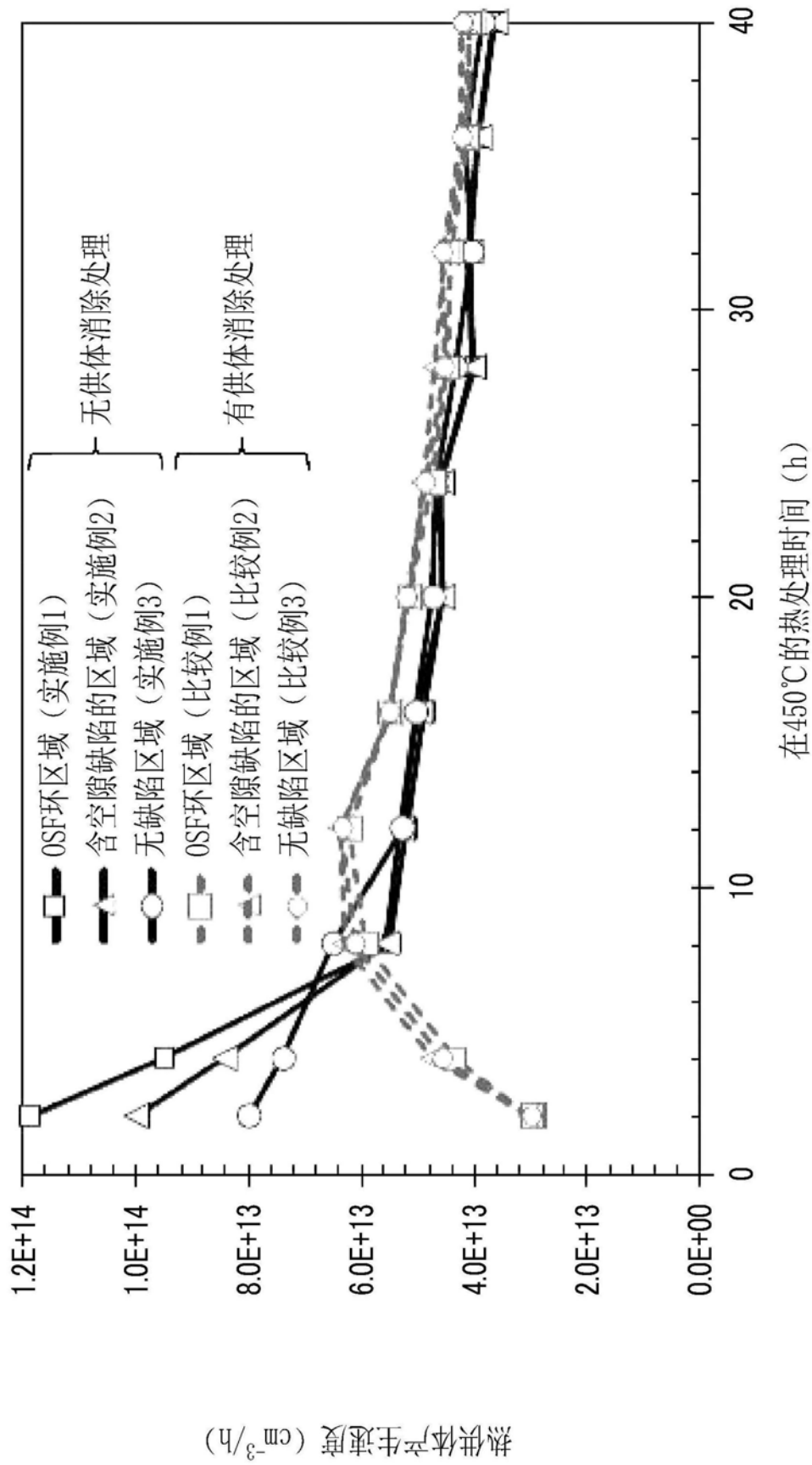


图5

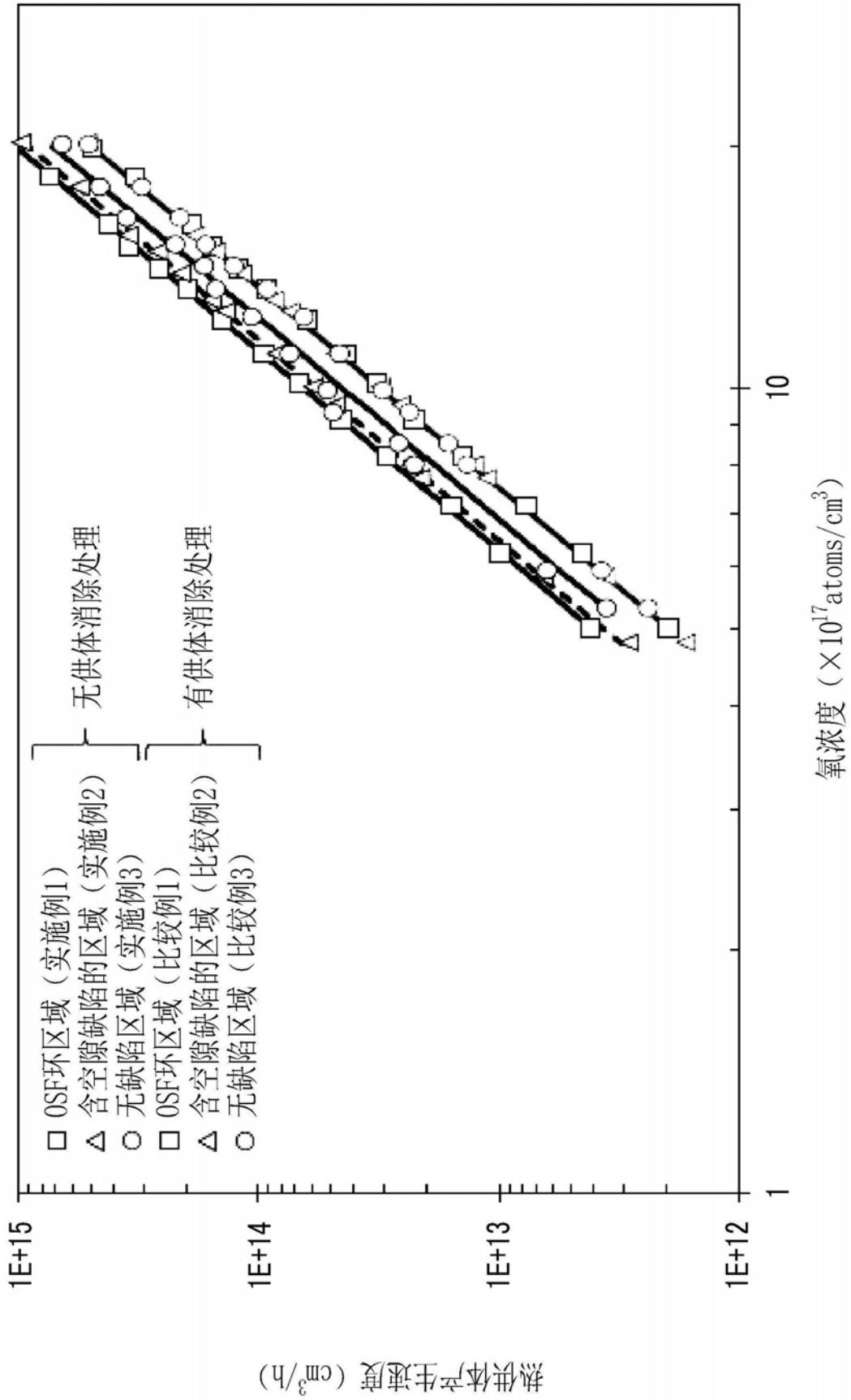


图6

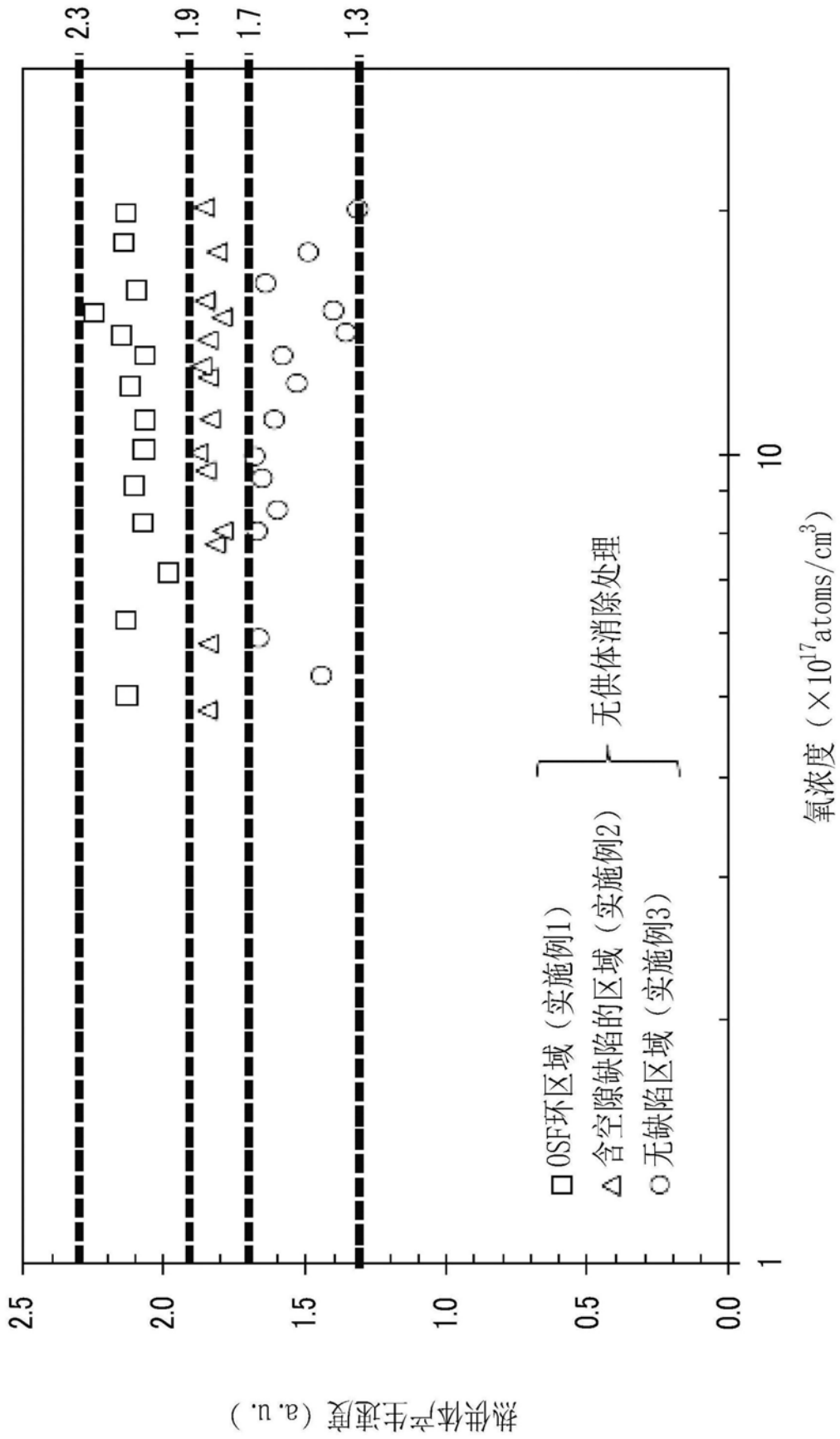


图7