

シリコン結晶中の低濃度炭素の測定 (XVIII) 赤外吸収と SIMS の相互較正

Measurement of carbon concentration in silicon crystal
(XVIII) Calibration between infrared absorption and SIMS東京農工大¹, 大阪府大², °井上直久^{1,2}, 川又修一², 奥田修一²°Tokyo U. Agri. Technol.¹, Osaka Pref. U.², °N. Inoue^{1,2}, S. Kawamata², S. Okuda²

E-mail: inouen@riast.osakafu-u.ac.jp

背景と経過と目的 シリコン結晶中の炭素は LSI 時代には問題でなかった[1]が、パワーデバイス時代に主役になり[2]、Tab. I に示す 4 Eras に分けられる。炭素濃度は赤外吸収により測定され我々は 40 年前の ASTM 規格の改訂案の作成[3]以前から今日まで 10^{16} 台から 10^{13} atoms/cm³ 台と 1/1000 へ感度を向上した。その内容は測定法規格の前提の崩れ(規格問題)への対処である。最初に崩れた前提は「吸収係数から濃度への換算係数が一定」で、装置に依り大きく異なること(装置問題)は巡回測定の際のばらつき[3]や研究者により換算係数が異なることに現れていたが意識も対策もなかった。次の崩れは「炭素よりも大きいフォノン吸収は測定試料から参照試料の吸収を引いて相殺されベースラインが引ける」で「残留吸収を数学的に消去する対策」[4,5,6]を始めた。次に「検出下限は参照試料の濃度で制限される」(参照試料問題)を「電子線照射による置換型炭素の除去」[7,6]により原理的に解決した。さらに「換算係数の決定のための巡回測定用ブロックゲージの濃度は放射化分析により決定する」は試料濃度が CPAA の検出下限を下回り不可能となった(較正問題)[6]。また「poly-FZ プロセスによる汚染」(結晶汚染問題)を明らかにし規格にない「ポリシリコンの直接測定」[8]を可能にした。最初の問題の対策は、「個々の装置をブロックゲージにより較正する」[6]である。我々はこれらの問題とその解決法、Tab. II の 2nd generation IR を開発し共有してメーカーで実用化した。前回 SIMS が報告された[9]ので「放射化分析に替わる SIMS 測定による赤外吸収ブロックゲージの較正」について報告する。

実験と結果 測定試料は主にポリシリコンを FZ 結晶化し参照試料は電子線照射により置換型炭素を低減した。厚さは 2mm で両表面は鏡面仕上げである。測定は FTIR で RT で Resolution 2cm⁻¹ である。同じ起源の試料を SIMS 分析した。Fig.1 に較正の一例を示す。横軸は SIMS 分析による濃度、縦軸は赤外吸収のピーク吸光度(参照試料との差)である。直線は規格の吸収係数への換算係数 0.82×10^{17} atoms/cm² に対応する傾きと、参照試料の濃度 5×10^{13} atoms/cm³ の切片を持つ。即ち両者の一致はとても良い。このことは同時に用いた装置は性能に依る誤差が少ないことも示す。以上により、SIMS 分析で濃度を定めたブロックゲージで赤外装置を較正することにより「誰でも赤外吸収と SIMS で、同時に他者と、互換性があり精度の良い測定ができる」ことが確かめられた。

低温測定とポリシリコンの測定 すでに実用になっている[8]が追加検討を進めている。フォノン妨害吸収や炭素吸収の高さが装置と測定条件により単結晶室温測定と異なることが重要である。

謝辞 長年測定試料の準備、参照試料とブロックゲージの電子線照射による製作と測定、スペクトルなどの交換による測定技術の開発と共有、SIMS による較正など協力している方々に感謝します。

Tab.1 History of carbon concentration measurement by IR in silicon

Era	year	[C]	problems
LSI	1975-	<10 ¹⁶	baseline (machine)
power	2005-	10 ¹⁵	+ reference, phonon
poly-FZ	2015-	2x10 ¹⁴	+ calibration, contam.
polycrystal	2017-	1x10 ¹⁴	all

Tab. 2 Summary of second generation IR

problems	solutions
baseline (machine)	long/short baseline ['87], round-robin ['87]
+ reference, phonon	synthetic ref., phonon removing. ['05, '16], aver.
+ calibration, contam.	machine eval. ['16], SIMS ['14], block gauge ['18]
all	annealing ['18]

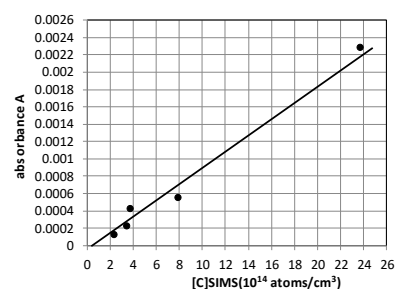


Fig.1 Relation between [C] by SIMS and A by IR

[1] 井上, 研究実用化報告 1981. [2] Sugiyama, 2004. [3] Inoue, proc. ASTM, 1987. [4] Inoue, SSP 2005 [5] Inoue, High Purity Silicon 2014. [6] Inoue, PSS 2016. [7] Inoue, proc. JSPS 2007. [8] Inoue, proc. ECS2018, 86-10, 105. [9] 大淵, 応用物理学会 2018 秋予稿集.