



電子情報技術産業協会規格

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3506

短波長励起マイクロ波光導電減衰法による
シリコンエピタキシャルウェーハ (**p/p+**, **n/n+**)
のエピ層の再結合ライフタイム測定方法

**The measurement method for recombination lifetime of the epilayer
of the silicon epitaxial wafer (p/p+, n/n+) by the short wavelength
excitation microwave photoconductive decay method**

2003 年 4 月制定

2016 年 3 月廃止

JEITA半導体部会 シリコン規格管理小委員会の終息に伴い、本規格は
2016年3月（平成28年3月）をもって廃止されました。
シリコン規格管理小委員会の活動記録として公開するものです。

作 成

シリコン技術委員会

Silicon Technologies Committee

情報処理標準化運営委員会

Managing Committee on Information Technology Standardization

発 行

社団法人 電子情報技術産業協会

Japan Electronics and Information Technology Industries Association

目 次

1. 適用範囲	1
2. 用語及び定義	1
2.1 注入光子密度	1
2.2 過剰キャリア	1
2.3 再結合	1
2.4 μ -PCD 法	1
2.5 差動 μ -PCD 法	1
2.6 表面再結合	1
2.7 再結合ライフタイム (τ)	1
2.7.1 バルク再結合ライフタイム (τ_b)	1
2.7.2 実効ライフタイム (τ_{ef})	1
3. 試験環境	2
4. 測定方法の概略	2
5. 測定上の注意	2
6. 測定装置	2
6.1 パルス光照射部	2
6.2 マイクロ波照射・検出部	3
6.3 ウェーハステージ	3
6.4 解析部	3
6.5 制御・処理部	3
7. 装置の検査	3
8. 測定・解析方法	3
8.1 試料	3
8.2 前処理	3
8.3 試料の設置	4
8.4 マイクロ波の照射	4
8.5 パルス光の照射	4
8.6 減衰曲線の解析と再結合ライフタイムの算出	4
9. 記録方法	5
解説	6
附属書（参考）	12

電子情報技術産業協会規格

短波長励起マイクロ波光導電減衰法による
シリコンエピタキシャルウェーハ (p/p+, n/n+) の
エピ層の再結合ライフタイム測定方法

**The measurement method for recombination lifetime of the epilayer
of the silicon epitaxial wafer (p/p+, n/n+) by the short wavelength
excitation microwave photoconductive decay method**

1. 適用範囲 この規格は、シリコンエピタキシャルウェーハ（エピウェーハ；p/p+, n/n+）の再結合ライフタイムを、短波長の励起光源を用いたマイクロ波光導電減衰法（短波長励起 μ -PCD法）によって測定する方法について規定する。
2. 用語及び定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。
 - 2.1 注入光子密度 光パルスによって試料に入射する単位面積あたりの光子数（個/cm²）。キャリア注入量と呼ぶこともある。
 - 2.2 過剰キャリア 光パルスによって試料中に発生した電子及び正孔。
 - 2.3 再結合 過剰キャリアが再び結合して消滅する現象。
 - 2.4 μ -PCD法 光パルスによる過剰キャリアの発生に引き続いて起こる導電率の減衰を、マイクロ波によって測定する方法。
 - 2.5 差動 μ -PCD法 光パルスを発生する励起光源を備えた信号用マイクロ波導波管及び参照用マイクロ波導波管を搭載し、両導波管のマイクロ波パワーの差から過剰キャリアの変化を検出する方法。
 - 2.6 表面再結合 試料の表面又は裏面で過剰キャリアが再結合して消滅する現象。
 - 2.7 再結合ライフタイム (τ) 過剰キャリアの濃度が、再結合によって $1/e$ に減衰するまでの時間で、大きく以下の2種類に分けられる。
 - 2.7.1 バルク再結合ライフタイム (τ_b) 結晶中の欠陥、不純物密度によって定まる原料結晶に固有なライフタイム。
 - 2.7.2 実効ライフタイム (τ_{ef}) 測定から直接得られるライフタイム。 μ -PCD法では、反射マイクロ波パワーの減衰の時定数として求められる。主に試料の結晶性と表面状態を反映した量になるが、特にエピ層ライフタイム測定の場合は、エピ層厚みにも強く依存した量となる。また、減衰部分の取り方で、一般に以下の2種類が用いられる。
 - (1) 一次モードライフタイム (τ_1) 反射マイクロ波パワーの指数関数と見なせる減衰部分（一次モード部分）から求めた減衰の時定数。短波長励起 μ -PCD法では、試料の結晶性と表面状態を反映した量になる。
 - (2) $1/e$ ライフタイム (τ_e) 反射マイクロ波パワーが光パルス照射時の $1/e$ に減衰するまでの時間。短波長励起 μ -PCD法では、試料の結晶性と表面状態に加えて注入光子密度を反映した量になる。

3. 試験環境 測定装置は、室温 ($23 \pm 3^{\circ}\text{C}$)、湿度 30%～70%、気圧 860hPa～1060hPa の環境に設置する。

備考 設置環境には振動の制限は設けないが、振動の程度によっては測定結果に影響を与える場合があるので、注意を要する。

4. 測定方法の概略 シリコンへの侵入長がエピ層の厚さより短い光パルスによってエピ層中に発生した過剰キャリアは、試料が p/p+ (++) や n/n+ (++) ウェーハ⁽¹⁾のように基板の抵抗率が低い場合にはエピ層内に留まり、その導電率を増加させる。過剰キャリアが再結合によって消滅するのに伴い導電率は減少するが、その変化は同じ位置に照射したマイクロ波の反射率によって検出することができる。その時間変化を解析することによって、エピ層の再結合（実効）ライフタイムを測定することができる。

注⁽¹⁾ 一般に、p+及びn+は抵抗率が $0.05 \Omega \text{ cm}$ 以下、p++及びn++は $0.01 \Omega \text{ cm}$ 以下の基板を意味することが多い。

5. 測定上の注意 エピ層の評価のためには、エピ層に過剰キャリアを閉じこめる必要がある。そのため、試料は p/p+ (++) 又は n/n+ (++) のエピタキシャルシリコンウェーハとする。また、再結合（実効）ライフタイムはエピ層の厚さ⁽²⁾や注入光子密度の影響を強く受ける。機関間での相互評価やデータ交換に際しては、測定精度を考慮の上測定条件を統一することが必要である。

注⁽²⁾ 00-基-19 参照

6. 測定装置 エピウェーハの再結合ライフタイム測定装置を図1に示す。測定装置は、パルス光照射部、マイクロ波照射・検出部、ウェーハステージ、解析部、制御・処理部で構成される。各部は、次に示す性能のものを用い、試料の導電率とマイクロ波照射・検出部で受信した反射マイクロ波パワーとが単調増加又は単調減少の相関関係を保つように、マイクロ波の位相が調整されていることが必要である。

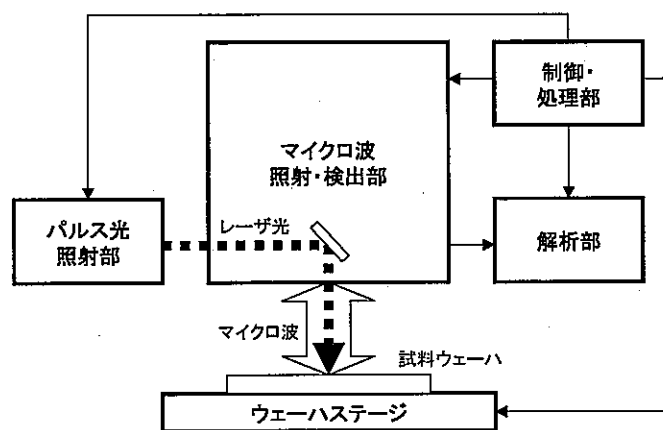


図1 エピウェーハの再結合ライフタイム測定装置 ブロック図

6.1 パルス光照射部 波長が 330～550nm のレーザ⁽³⁾を有するユニット。パルス幅は 10nsec 以下、注入光子密度は $5 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ 以下⁽⁴⁾とする。

注⁽³⁾ 波長 523nm のレーザが一般に用いられる。他の波長のレーザを用いてもよいが、その場合は記録及び報告が必要である。

注⁽⁴⁾ $2 \times 10^{13}/\text{cm}^2$ が一般に用いられる。左記以外の注入光子密度を使用する場合は、記録及び報告が必要である。

備考 パルス光照射部は、レーザを直視することを避けるためのカバーを有し、カバーの開閉に対しインターロック機構を設けなければならない（パルス光照射部をインターロックを解除した状態で操作してはならない）。

6.2 マイクロ波照射・検出部 周波数が 10~100GHz のマイクロ波源と試料表面での反射パワーを測定するユニット⁽⁵⁾。

注⁽⁵⁾ 周波数 26GHz のマイクロ波源を有する差動 μ -PCD 検出系が一般に用いられる。他の周波数のマイクロ波や検出系を用いてもよいが、その場合は記録及び報告が必要である。

備考 マイクロ波検出部は、装置から外部に漏洩する反射マイクロ波強度を $1\text{mW}/\text{cm}^2$ 以下にしなければならない。

6.3 ウェーハステージ パルス光源に対して、希望の X, Y 位置で試料を保持するユニット。

備考 1 ステージには試料の温度を制御するヒータを有してもよい。ただし、試料の温度が 3. 試験環境に記載の温度範囲外になる場合には、記録と報告が必要である。

2 試料表面のマッピングができるように、コンピュータ制御による X-Y 又は R- θ 移動機構を有してもよい。また、複数の試料を自動測定するローダ及び搬送機構があってもよい。

6.4 解析部 適切な信号処理部とディスプレイユニットを有する。サンプリングインターバルは測定したライフタイムの 1/100 以下⁽⁶⁾とする。

注⁽⁶⁾ 1/100 以上のサンプリングインターバルを用いた場合には、記録及び報告が必要である。

6.5 制御・処理部 測定は手動でもできるが、適当なコンピュータを用いた制御・処理部によって、試料のローディング／アンローディング、ステージ移動、パルス光源及び検出器の操作、減衰信号の解析、データの統計解析、データの記録と保管、結果の印刷又はプロットを制御できることが望ましい。

7. 装置の検査 標準ウェーハ⁽⁷⁾の同一場所を 10 回~20 回測定し、信号のピーク値の再現性⁽⁸⁾が 10% 以下、ライフタイムの再現性⁽⁸⁾が 5% 以下であることを確認する。

注⁽⁷⁾ クリーンな環境で管理された p/p+ (++) 又は n/n+ (++) ウェーハを用いる。エピ層の厚さは $10\mu\text{m}$ 以上が望ましい。

注⁽⁸⁾ 測定した値の (最大値-最小値) / (2×平均値)。

8. 測定・解析方法

8.1 試料 試料は p/p+ (++) 又は n/n+ (++) のエピタキシャルシリコンウェーハを使用する。エピ層の厚さについては、備考を参照のこと。

備考 6.1 パルス光照射部記載のレーザは Si への侵入長が $1\mu\text{m}$ 以下であるため、原理的に $1\mu\text{m}$ 以上のエピ厚を有する試料のライフタイム測定が可能である。ただし、エピ厚が $5\mu\text{m}$ 未満の薄いウェーハを測定する場合には、エピ層中の汚染を検出する感度の低下が懸念されるため、注意が必要である。

8.2 前処理 以下のガスの原料の使用又はガス雰囲気中の酸化を含む熱処理を用いて、表面再結合を抑制することができる。

液体酸素 純度 99.8%以上

酸素ガス 露点 -72°C 以下

水素ガス 純度 99.999%以上, 露点 -110°C 以下

窒素ガス 純度 99.999%以上, 露点 -110°C 以下

表面再結合を抑制して, 再結合(実効)ライフタイムを測定するためには, 低界面準位密度 ($\text{Dit} < 10^{10}$ オーダ/ $\text{cm}^2 \cdot \text{eV}$) の酸化膜を形成するような熱酸化 ($950^{\circ}\text{C} \sim 1050^{\circ}\text{C}$) を行う。酸化条件は, 酸化処理中に再結合ライフタイムに影響を与えるほど酸素析出物が形成されないようにし, 金属不純物が混入しないようにする。金属不純物の混入防止のために, 酸化前には試料表面上の金属不純物を十分除去しうる洗浄を行い, 熱処理炉及び治具は十分清浄でなければならない。

備考 表面再結合を試料のエピ層の再結合ライフタイムの測定に影響しない程度に減少でき, かつ安定した表面が得られるのであれば, その他のパッシベーション方法も使用することができるが, 記録及び報告が必要である。

8.3 試料の設置 試料の測定位置にパルス光とマイクロ波が照射されるように, ウェーハステージに設置する。

8.4 マイクロ波の照射 マイクロ波を照射する。続いて, 解析部で試料によって反射されたマイクロ波のパワーをサンプリングして記録装置に取り込む。

8.5 パルス光の照射 パルス光照射部からパルス光を試料に照射する。

8.6 減衰曲線の解析と再結合ライフタイムの算出 記録装置に取り込まれた反射マイクロ波のパワーの変化(減衰曲線: 図2 参照) から再結合(実効)ライフタイムを求める。図2において, t_0 は光パルスによって過剰キャリアが試料中に注入された瞬間を表す。減衰曲線の指数関数と見なせる変化部分から求めた減衰の時定数が一次モードライフタイム (τ_1) である。図2では, t_A での反射マイクロ波パワー V_A が, 過剰キャリアの再結合によって $1/e$ (≈ 0.368) に減衰して V_B になった瞬間を t_B とすると, $\tau_1 = t_B - t_A$ となる。

t_0 での反射マイクロ波パワー V_0 が $1/e$ に減衰して V_1 になった瞬間を t_1 , $1/e^2$ (0.135) に減衰して V_2 になった瞬間を t_2 とすると, $t_1 - t_0$ は $1/e$ ライフタイム (τ_0) となる。なお, 指数関数からのずれが大きくない場合には, τ_1 は $t_2 - t_1$ で代用することもできる。

この場合, 1回のパルス光照射で上記解析を行ってもよいが, 減衰曲線にノイズが重畳しているときは複数回のパルス光照射による減衰曲線を記録し, 減衰曲線を重ね合わせることによってノイズを除去する方法を採用してもよい。またフィッティングによって回帰曲線から求めてもよい。

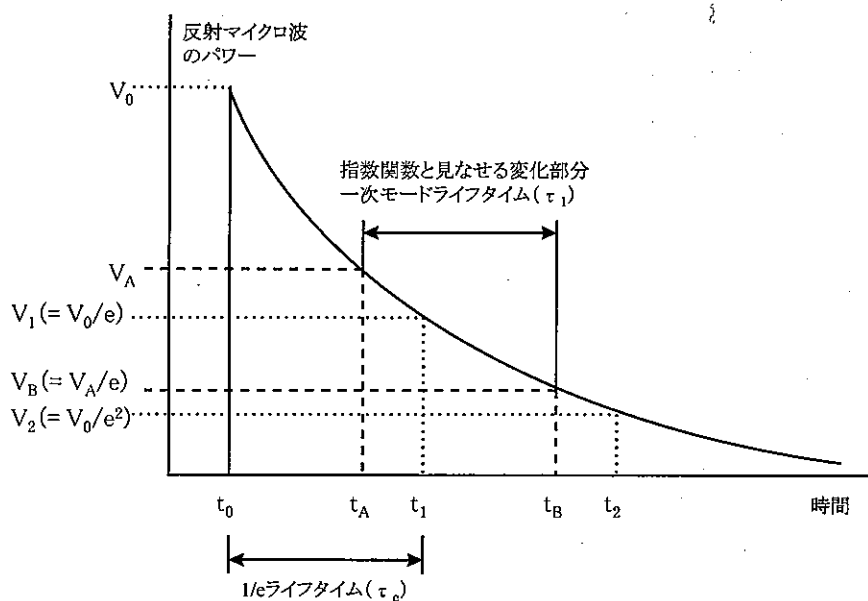


図2 減衰曲線

9. 記録方法 以下の情報を付記する。

- (1) 試験日時
- (2) 装置のメーカー及び形式
- (3) 試料の前処理（表面再結合抑制）方法
- (4) 試料の状態（エピ層の厚さ等）
- (5) 測定結果

備考 測定値が一次モードライフタイム (τ_1) か $1/e$ ライフタイム (τ_0) かを明記する。

短波長励起マイクロ波光導電減衰法による シリコンエピタキシャルウェーハ (p/p+, n/n+) のエピ層の 再結合ライフタイム測定方法の解説

この解説は、本体及び附属書に規定・記載した事柄並びにこれらに関連した事柄を説明するもので、規格の一部ではない。

1. 制定の背景 近年、ULSI 等のデバイスで微細化や高集積化が急速に進められてきた。それに伴いデバイスの活性領域の完全性、ゲッタリング能力、ラッチアップ耐性等で他の品種のシリコンウェーハと比較し、優位性を持つ低抵抗基板を有するエピウェーハ (p/p+, n/n+) が先端デバイスに使用される比率が高まってきている。一方、エピウェーハ製造プロセスでのエピ層中の重金属汚染や欠陥形成が重大な問題を引き起こすことが懸念される。従って、エピウェーハの汚染や結晶欠陥等の品質評価法として再結合ライフタイム測定法の標準化が必要である。

シリコンウェーハについては、JEIDA-53-1997, ASTM F 1535-94 等の規格が制定されているが、エピウェーハに対する規格が未だ制定されていないことも制定のもう一つの理由である。

2. 制定の経過 エピ層のライフタイム評価の重要性が高まるとの予測から、旧社団法人日本電子工業振興協会 (JEIDA) のウェーハ測定標準専門委員会及び傘下のエピ層ライフタイム品質評価方法ワーキンググループによって、規格化対象の装置の選定を主目的として、平成 9 年 5 月から平成 12 年 1 月にかけて MOS C-t 法を参照評価装置として下記の市販のエピ層ライフタイム測定装置の評価が 9 機関の参加によって行われた (短波長励起 μ -PCD 法, 短波長励起フォトルミネッセンス法, 交流 SPV 法, 短波長励起ケルビンプローブ法, 非接触 C-t 法, コロナ放電ケルビンプローブ法)。評価された全ての装置で一長一短が見られたが、Fe や Mo の汚染量と対応が明確に見られる点及び測定 of 簡便性も考慮し、短波長励起 μ -PCD 法が規格化の対象として選定された (00-基-19 参照)。

適性な測定条件の把握, 測定値の機関間のばらつき及び経時変化の程度を把握しておく必要があるので、ラウンドロビン測定を実施するため、平成 12 年 7 月に新たにエピ層ライフタイム測定標準化ワーキンググループを設置して活動を開始した。平成 12 年の 8 月から 7 機関の参加でラウンドロビン測定を実施し、平成 14 年 1 月に完了した。この巡回測定の結果に基づいて規格案が作成され、シリコン技術委員会及びウェーハ測定標準専門委員会での書面審議を経て、平成 15 年 4 月に制定された。

備考 社団法人日本電子工業振興協会と社団法人日本電子機械工業会 (EIAJ) は平成 12 年 11 月に統合され、社団法人電子情報技術産業協会 (JEITA) となった。

3. 原理 エピ層にシリコンのバンドギャップより大きなエネルギーを持つ光パルスが照射されると、その伝導帯、価電子帯にはそれぞれ過剰の自由電子、自由正孔 (過剰キャリア) が発生する。光の侵入長がエピ層の厚みより小さく、p/p+ (++) や n/n+ (++) ウェーハのように基板の抵抗率が低い場合には、エピ層/基板界面でのポテンシャル障壁によって過剰キャリアの基板への拡散が妨げられるので、発生した過剰キャリアはエピ層内に留まり、禁制帯中に形成された金属不純物や結晶欠陥などの不純物準位を介して再

結合することによって消滅していく。キャリア再結合の過程は、エピ層の導電率の減少としてマイクロ波の反射率変化によりモニタでき、その減衰曲線の形状を解析することによって、エピ層の再結合ライフタイムを求めることができる (μ -PCD 法)。不純物準位の密度が増加すると、再結合ライフタイムは減少するため、この規格による試験を行うことによって求めた再結合ライフタイムから、エピタキシャルウェーハの金属汚染や結晶欠陥の混入度合いを把握することができる。

ただし、この試験方法では、 p/p^+ (++) や n/n^+ (++) ウェーハのように基板の抵抗率が低い場合には、エピ厚さが薄くなると再結合ライフタイムが短くなり、汚染に対する感度が大きく低下することが確認されている (00-基-19 参照)。この原因として次の二つが考えられる。

- (1) 過剰キャリアのエピ層での体積密度はエピ層厚さが薄い程大きくなる。その結果、エピ層内の過剰キャリア密度が増加して非線形な再結合を引き起こすとともに、過剰キャリアが界面のポテンシャル障壁を超えて基板に流入して高濃度ドーパントによって形成される再結合中心を介して消滅するため、観測されるトータルの再結合ライフタイムは短くなる。
- (2) エピ層／基板界面における界面準位が再結合中心となり、拡散によって界面に達した過剰キャリアの一定の割合が消滅する。このため、エピ層厚さが薄いほどライフタイムは短く観測される。

この試験は一般的には元素の識別機能を持っていないが、ある特定の不純物元素については、限られた範囲で同定することが可能である。また、試料のマッピング測定によって半導体製造プロセスの汚染原因を推定できる場合がある。

4. 規定項目の説明

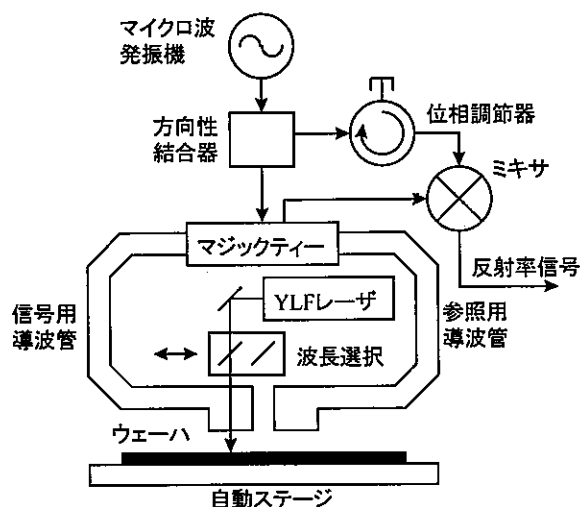
4.1 試料 (規格本体の 8.1) 試料は p/p^+ (++) 又は n/n^+ (++) のエピウェーハとした。これはエピ層のライフタイムを測定するためには、左記ウェーハのエピ／基板界面に形成されるポテンシャル障壁によって、注入された過剰キャリアがエピ層に閉じこめられる必要があるためである。

4.2 測定装置 (規格本体の 6.)

4.2.1 パルス光照射部 (規格本体の 6.1) シリコンへの光の侵入長 d (強度が $1/e$ になるまでの距離) は、波長 λ が短くなるに伴って減少する。例えば、 $\lambda = 1000\text{nm}$ の光 (赤外) では $d \approx 200\mu\text{m}$ であるが、 $\lambda = 500\text{nm}$ (青緑色) では $d \approx 0.5\mu\text{m}$ 程度、 $\lambda = 400\text{nm}$ (紫外) では $d \approx 0.1\mu\text{m}$ 以下となる。従って、 λ が 500nm 程度の光で照射すると、エピ厚 $1\mu\text{m}$ 以上の試料であればエピ層に過剰キャリアが閉じこめられるので、エピ層の再結合 (実効) ライフタイムが測定できることになる。この仕様を満たす光源としては、YAG レーザの 2 倍高調波 ($\lambda = 532\text{nm}$)、3 倍高調波 ($\lambda = 355\text{nm}$)、YLF レーザの 2 倍高調波 ($\lambda = 523\text{nm}$)、3 倍高調波 ($\lambda = 350\text{nm}$)、N2 レーザ ($\lambda = 337\text{nm}$) がある。

試料表面において、パルス光とマイクロ波は同じ位置に照射されるように光軸調整されなければならない。

4.2.2 マイクロ波照射・検出部 (規格本体の 6.2) マイクロ波の周波数 f はエピ層の過剰キャリア変化を検出するための重要なファクタである。 p^+ (++) 及び n^+ (++) 基板へのマイクロ波の侵入長 D が短い程、反射マイクロ波のパワーはエピ層のキャリア変化をより忠実に反映することになる。基板シリコンの抵抗率が $0.01\Omega \cdot \text{cm}$ の時、 $f = 10\text{GHz}$ では $D \approx 50\mu\text{m}$ であるが、 $f = 26\text{GHz}$ では $D \approx 30\mu\text{m}$ 、 $f = 100\text{GHz}$ では $D \approx 15\mu\text{m}$ 程度になる。

解説図 1 差動 μ -PCD 法の構成

p+ (++)、n+ (++) 等の基板にはホウ素、アンチモンなどのドーパントが高い濃度でドーピングされている。これらドーパントによって室温で生成される正孔、電子などの自由キャリアは、マイクロ波を高い効率で反射する。そのため、JEIDA-53-1997に記載された方法で p/p+ (++)、n/n+ (++) 等のウェーハを測定した場合、マイクロ波検出器が飽和状態になってエピ層に注入された過剰キャリアの変化を検出すること自体が困難であるとともに、検出信号にマイクロ波ノイズが重畳されて S/N が極度に劣化し、再結合ライフタイムを精度よく求めることができない。この問題を解決する手段として、解説図 1 のような構成の「差動 μ -PCD 法」が開発されている。マイクロ波発振器から発振された周波数 26GHz のマイクロ波は、方向性結合器を通過し、マジックティーによって 2 方向の導波管に分岐される。両導波管に導かれたマイクロ波は測定ウェーハ表面で反射し、再びマジックティーを通過し、位相調整されたマイクロ波とミキサにて混合されて反射率信号となる。参照用導波管からウェーハに照射されたマイクロ波は、ウェーハ中の自由キャリア密度で決まる導電率に基づいた反射率で反射される。一方、信号用導波管には、半導体レーザ励起 Nd-YLF レーザが取り付けられていて、波長選択機能によって 523nm 又は 1047nm の波長の光をウェーハに照射することができる。レーザ光をパルス照射すると、ウェーハ表層部に過剰キャリアが生成されるために導電率が増加し、その結果、反射マイクロ波のパワーが増加する。マジックティーの出力は、信号マイクロ波と参照マイクロ波パワーの差になるため、ミキサ出力はウェーハ中に生成された過剰キャリア密度と相関のある信号となる。この信号の時間変化を解析することにより、ウェーハの少数キャリアライフタイムを求めることができる。このように、差動 μ -PCD 法はレーザ光の照射によるウェーハ導電率の変化分のみを抽出する手法であるため、0.001~0.1 Ωcm という低抵抗率ウェーハやそれらを基板に持つエピウェーハのように、マイクロ波の反射率が金属並みに高い場合でも、検波器の出力は飽和せず直線性の良好な領域で動作させることが可能である。また、マイクロ波発振器のノイズや機械的振動による外乱をキャンセルできるため、その反射率変化信号を S/N よく検出することが可能である。

試料表面で反射したマイクロ波が、効率よくディテクタに戻り、さらに試料の導電率とディテクタで受信したマイクロ波パワーとが相関関係を保つように、アンテナ内部でマイクロ波の位相が調整されることが必要である。

4.2.3 ウェーハステージ（規格本体の 6.3） 幅の狭い光源と、光源に対して相対的に移動するウェーハステージを用いて、ウェーハの各点で測定を行うことにより、再結合ライフタイムの分布図（マップ）を作ることができる。

4.3 記録方法（規格本体の 9.）

4.3.1 試料の状態（エピ層の厚さ等）（規格本体の 9（4）） 解説の 3. 原理で述べたように、この試験方法では、p/p+（++）や n/n+（++）ウェーハのように基板の抵抗率が低い場合には、エピ厚さが薄くなると再結合ライフタイムが短くなり、汚染に対する感度が大きく低下することが確認されている。従って、この試験方法により基板の抵抗率が低いエピウェーハを測定する場合には、エピ層の厚さを記録・報告しなければならない。

4.4 精度（規格本体の 8.） 精度は平成 12 年 8 月～平成 14 年 1 月に実施された巡回測定の結果によって確認された。テストには 8 インチ p/p+ 及び 5 インチの n/n+ ウェーハで、エピ層厚さは p/p+ が 3 水準（3, 5, 10 μm ）、n/n+ も 3 水準（1.1, 2.7, 12 μm ）、p/p+ ウェーハの Mo 汚染濃度は次の水準（ $<10^{11}$, $\sim 1 \times 10^{12}$, $5 \sim 10 \times 10^{12} \text{cm}^{-3}$ ）の合計 12 種類のウェーハを使用し、合計 7 機関の参加によって実施した。エピの厚みに応じた下記の適正測定条件下で機関間のばらつきは、全テスト水準で p/p+ で 12% 以下、n/n+ で 9% 以下であった。

適正な推奨測定条件は、重金属汚染に対する感度がよいので $1/e$ ライフタイムより一次モードライフタイムの方がよく、注入量は $2 \times 10^{13} \text{cm}^{-2}$ がよい。またばらつきを考慮するとエピ厚みが 5 μm 未満で平均化回数が 1024 回、10 μm 未満で 5 μm 以上で 512 回、10 μm 以上で 256 回であることが望ましい。この条件は重金属に対する感度を最優先に考慮して提示したもので、本規格で限定するものではないことを付記しておく。

表面パッシベーション法として熱酸化（乾燥酸素中 1000°C 1 時間酸化及び窒素中 1000°C 30 分保持）を使用した場合、約 7 ヶ月経時変化は p/p+ で 12% 以下、n/n+ で 3% 以下であった。

この試験方法は、試験を行う機関間で前処理条件と試料の状態（エピ層の厚さ等）を規定して利用されるべきものである。

5. JEITA EM-3506 審議委員会の構成表（順不同・敬称略）

情報処理標準化運営委員会

委員長	柴田 彰	(株)デンソーウェーブ
-----	------	-------------

シリコン技術委員会

委員長	田島 道夫	宇宙科学研究所（平成15年2月～）
同	垂井 康夫	東京農工大学（～平成15年2月）
幹事	岡山 重夫	産業技術総合研究所
同	金山 敏彦	産業技術総合研究所
同	小山 浩	日本電子(株)
委員	井上 直久	大阪府立大学
同	大橋 弘通	(株)東芝
同	福田 哲生	富士通(株)
同	宮崎 守正	三菱住友シリコン(株)
同	松本 行雄	アクセント オプティカル テクノロジーズ(株)
同	今井 久也	旭化成マイクロシステム(株)
同	辻村 学	(株)荏原製作所
同	山口 昭	エム・イー・エム・シー(株)
同	諸星 洋	キヤノン(株)
同	伊佐治 弘	キヤノン(株)
同	進藤 健一	黒田精工(株)
同	中井 康秀	(株)コベルコ科研
同	河野 光雄	コマツ電子金属(株)
同	竹中 卓夫	信越半導体(株)
同	島田 孝	ソニー(株)
同	藤野 誠二	(株)デンソー
同	宮下 守也	(株)東芝
同	松下 嘉明	東芝セラミックス(株)
同	吉瀬 正典	日本エーディーイー(株)
同	北野 友久	日本電気(株)
同	小林 誠一郎	(株)東日本セミコンダクタテクノロジーズ
同	中嶋 定夫	(株)日立国際電気
同	河合 直行	(株)日立製作所
同	中西 俊郎	(株)富士通研究所
同	吉住 恵一	松下電器産業(株)
同	大石 博司	松下電器産業(株)
同	清水 保弘	三菱住友シリコン(株)
同	益子 洋治	三菱電機(株)
同	坂井 秀男	(株)レイテックス
同	宮内 雅弘	ワッカー・エヌエスシーイー(株)
事務局	中瀬 真一	(社)電子情報技術産業協会
	高梨 健一	(社)電子情報技術産業協会

ウェーハ測定標準専門委員会

委員長	宮崎守正	三菱住友シリコン(株)
委員	井上直久	大阪府立大学
同	武縄智章	アクセント オプティカル テクノロジーズ(株)
同	中村典夫	エム・イー・エム・シー(株)
同	本間則秋	キヤノン(株)
同	住江伸吾	(株)コベルコ科研
同	松本圭	コマツ電子金属(株)
同	篠宮勝	信越半導体(株)
同	滝澤律夫	ソニー(株)
同	竹田隆二	東芝セラミックス(株)
同	菊池浩昌	日本電気(株)
同	斎藤滋晃	(株)日立製作所
同	金田寛	(株)富士通研究所
同	米田健司	松下電器産業(株)
同	木村泰広	三菱電機(株)
同	碓敦	ワッカー・エヌエスシーイー(株)
客員	小山浩	日本電子(株)
同	河合健一	河合企画
事務局	高梨健一	(社)電子情報技術産業協会

エピ層ライフタイム測定標準化ワーキンググループ（平成14年3月時点）

主査	宮崎守正	三菱住友シリコン(株)
委員	奥貫幸夫	エム・イー・エム・シー(株)
同	住江伸吾	(株)コベルコ科研
同	松本圭	コマツ電子金属(株)
同	吉田知佐	信越半導体(株)
同	吉川淳	東芝セラミックス(株)
同	府瀬川和宏	三菱住友シリコン(株)
同	北原功一	ワッカー・エヌエスシーイー(株)
事務局	木暮英男	(社)電子情報技術産業協会

**附属書（参考） 短波長励起マイクロ波光導電減衰法（短波長励起 μ -PCD 法）による
エピタキシャルウェーハ（p/p+, n/n+）のエピ層のライフタイム巡回
測定**

1. 目的 適正な測定条件（キャリア注入量，平均化回数），測定値の機関間のばらつき，測定値の経時変化の有無の把握をすることを目的とする。

2. 実験

2.1 サンプル仕様 巡回測定には以下の仕様のエピウェーハを使用した。

(1) p/p+エピウェーハ 8 インチ，エピ抵抗率 $10\ \Omega\text{cm}$ ，B 基板抵抗率 $10\sim 20\text{m}\ \Omega\text{cm}$ ，方位 $\langle 100 \rangle$
エピ厚 $\sim 3, \sim 5, \sim 10\ \mu\text{m}$

(2) n/n+エピウェーハ 5 インチ，エピ抵抗率 $1\ \Omega\text{cm}$ ，Sb 基板抵抗率 $10\text{m}\ \Omega\text{cm}$ ，方位 $\langle 100 \rangle$
エピ厚 $1.1, 2.7, 12\ \mu\text{m}$

2.2 実験手順 サンプルは以下の手順で処理した。

(1) p/p+エピウェーハ HF 洗浄後 HCl/H₂O₂ 洗浄し，スピコート法によって Mo の定量汚染（表面濃度の目標値； $<10^{10}, \sim 10^{11}, \sim 10^{12}\text{cm}^{-3}$ ）を行った。Mo の拡散と表面再結合抑制のための酸化を下記の条件で行った後巡回測定を行い，各水準一枚ずつ DLTS 法によって表面近傍のエピ層中の Mo 濃度を測定した。

酸化（ 1000°C for 1hr in dry O₂+30min in N₂）

本酸化条件は既にテストを行い，界面準位密度は $2\times 10^{10}/\text{cm}^2\cdot\text{eV}$ であった（00-基-19 参照）。

(2) n/n+エピウェーハ 上記 p/p+エピウェーハと同条件で酸化後，巡回測定を行った。

2.3 測定条件 測定条件は以下のように設定した。

(1) 測定値 $1/e$ ライフタイム（ τ_e ）と一次モードライフタイム（ τ_1 ）

(2) 測定箇所 各水準二枚のサンプルウェーハに対しセンタ点

(3) 測定回数 各機関で上記センタ点に対し連続 9 回測定

(4) キャリア注入レベル レベル 1（ $2\times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$ ），レベル 2（ $2\times 10^{14}\text{photons}/\text{cm}^2$ ）

(5) 平均化回数 256, 512, 1024（各注入レベルに対し）

(6) 励起光の波長 523nm

(7) 検出方式 差動 μ -PCD 法（マイクロ波の振動数は 26GHz）

2.4 測定順序 測定順序は以下のとおりであり，測定値の経時変化を調べるため，機関 A において巡回測定終了後再測定を行った。

機関 A→機関 B→機関 C→機関 D→機関 E→機関 F→機関 G→機関 A→機関 G（DLTS 測定）

なお，ウェーハパックの梱包は，各機関で合成フィルムの袋に入れてシールした後，次測定機関に輸送した。

3. 参加機関 巡回測定には以下の 7 機関が参加した。

住友金属工業(株) [現三菱住友シリコン(株)]，東芝セラミックス(株)，コマツ電子金属(株)，(株)コベルコ科研，ワッカー・エヌエスシーイー(株)，三菱マテリアルシリコン(株) [現三菱住友シリコン(株)]，信越半導体(株)

p/p+エピウェーハは信越半導体㈱, n/n+エピウェーハはコマツ電子金属㈱に提供していただいた。また, Mo の定量汚染及び酸化処理は住友金属工業㈱で行われ, DLTS 法によるエピ層中の Mo 濃度の測定は三菱マテリアルシリコン㈱で行われた。

4. 巡回測定結果

4.1 p/p+エピウェーハの Mo 濃度 DLTS 法によって測定されたエピ層中の Mo 濃度を附属書付表 1 に示す。

附属書付表 1 p/p+エピウェーハの DLTS 法により測定された Mo 濃度

エピ厚 (μm)	3	5	10
低 Mo 濃度 (cm^{-3})	$<1 \times 10^{11}$	$<1 \times 10^{11}$	$<1 \times 10^{11}$
中 Mo 濃度 (cm^{-3})	1.6×10^{12}	1.5×10^{12}	1.6×10^{12}
高 Mo 濃度 (cm^{-3})	5.0×10^{12}	8.6×10^{12}	1.1×10^{13}

低 Mo 濃度のサンプルは特に故意汚染したものではなく, 各水準で検出下限以下であった。中 Mo 濃度のサンプルは狙いより一桁高くなっており, 各水準で約 $2 \times 10^{12} \text{cm}^{-3}$ の濃度であった。高 Mo 濃度のサンプルは水準内にややばらつきが見られ, 中 Mo 濃度のサンプルに対し Mo 濃度は約半桁から一桁高かった。

4.2 適正な測定条件 適正な測定条件を把握するため, p/p+ウェーハに対し機関 A, B, C, D において測定ライフタイム種, キャリア注入量, 平均化回数を変えて Mo 濃度間差がどの測定条件でより明確になるかを調べた。

附属書付図 1 にキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{photons/cm}^2$, 平均化回数が 256, 512, 1024 回の条件でエピ厚が (a) $3 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $10 \mu\text{m}$ のエピウェーハに対し上記 4 機関で 1/e ライフタイムを測定した結果を示す。シンボルは 2 枚のエピウェーハの中央一点を各 9 回測定したときの, 黒丸が平均値を, 数値が高い方の横棒線が最大値を, 低い方が最小値を示している。エピ厚が厚い程水準間差が明確に見られたが, $3 \mu\text{m}$ 厚と $5 \mu\text{m}$ 厚のエピウェーハは低 Mo 濃度と中 Mo 濃度の水準間差が明確には見られなかった。附属書付図 2 に附属書付図 1 と同じ条件で測定した一次モードライフタイムの結果を示す。エピ厚が厚い程水準間差が明確に見られる傾向は 1/e ライフタイムの場合と同様であるが, $5 \mu\text{m}$ 厚のエピウェーハは明確に, $3 \mu\text{m}$ 厚のエピウェーハでさえも低 Mo 濃度と中 Mo 濃度の水準間差が見られた。なお, 最大値と最小値の差から, $3 \mu\text{m}$ 厚のエピウェーハは 1024 回, $5 \mu\text{m}$ 厚のエピウェーハは 512 回の平均化回数以上が望ましく, より水準間差が見やすい結果となっている。また, $10 \mu\text{m}$ 厚のエピウェーハは 256 回以上の平均化回数でも水準間差が明確に見られた。附属書付図 3 に附属書付図 1 及び附属書付図 2 とキャリア注入量が $2 \times 10^{14} \text{photons/cm}^2$ であること以外は同じ条件で測定した 1/e ライフタイムの結果を示す。注入量が約一桁多くなっているが, 全水準で測定値が短くなっており, Mo 濃度の水準間差もより不明確となった。エピ厚が $10 \mu\text{m}$ 以下で低 Mo 濃度と中 Mo 濃度の水準間差が明確には見られなかった。附属書付図 4 に附属書付図 3 と同じ条件で測定した一次モードライフタイムの結果を示す。同注入量で比較すると, 測定値は 1/e ライフタイムより長くなっているが, 注入量が一桁少ない一次モードライフタイムと比較すると短くなった。エピ厚が $5 \mu\text{m}$ 以下で低 Mo 濃度と中 Mo 濃度の水準間差が明確には見られなかった。

以上の結果から, 最も Mo 濃度の水準間差が明確に見られるのは, ライフタイムのモードは一次モードライフタイム, キャリア注入量は $2 \times 10^{13} \text{photons/cm}^2$ の場合であった。この条件では平均化回数はエピ厚が $5 \mu\text{m}$ 未満では 1024 回, $10 \mu\text{m}$ 未満では 512 回, $10 \mu\text{m}$ 以上では 256 回以上が望ましい。

同条件で $1/e$ ライフタイムが一次モードライフタイムより短いのは、過剰キャリア濃度が高くオージェ再結合及びエピ／基板界面のポテンシャル障壁を超えて基板に流入するキャリアの割合が高くなったからと考えられる。また、同じライフタイムのモードでキャリア注入量が多い方がライフタイムの測定値が短いのも上記と同じ理由と考えられる。ただし、 $1/e$ ライフタイムの方が一次モードライフタイムより、また、キャリアの注入量が多い方が少ない方より最長値と最短値の差が小さいのは、反射マイクロ波のシグナル強度が高いからであると考えられる。

4.3 測定値の機関間のばらつき 附属書付図 5 にエピ層中の 3 水準の Mo 濃度を有するエピ厚 $3\mu\text{m}$ の p/p+エピウェーハに対し注入量が $2\times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$ で平均化回数が 1024 回の条件で機関 A, B, C, D, E, F, G によって測定した(a) $1/e$ ライフタイムと(b)一次モードライフタイム値を示す。シンボルは 2 枚のエピウェーハの中央一点を各 9 回測定したときの、黒丸が平均値を、数値が高い方の横棒線が最長値を、低い方が最短値を示している。各機関の平均値の標準偏差を各機関の平均値の平均値（2 枚を各 9 回測定した各機関の平均値の機関間の平均値）で割って％表示した CV 値は、 $1/e$ ライフタイムで低 Mo 濃度のサンプルで 6.7%，中 Mo 濃度のサンプルで 4.7%，高 Mo 濃度のサンプルで 7.9%であった。一方、一次モードライフタイムは、それぞれ 12%，9.2%，9.3%であった。従って、過剰キャリア濃度が低い一次モードライフタイムの方が $1/e$ ライフタイムよりややばらつきが大きい結果となった。しかし、ほぼ 10%以下のばらつきでいずれも問題ないと思われる。附属書付図 6 にエピ層中の 3 水準の Mo 濃度を有するエピ厚 $5\mu\text{m}$ の p/p+エピウェーハに対し注入量が $2\times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$ で平均化回数が 512 回の条件で全 7 機関によって測定した一次モードライフタイム値を示す。上記 CV 値は低 Mo 濃度のサンプルで 7.1%，中 Mo 濃度のサンプルで 3.7%，高 Mo 濃度のサンプルで 9.5%であった。附属書付図 7 にエピ層中の 3 水準の Mo 濃度を有するエピ厚 $10\mu\text{m}$ の p/p+エピウェーハに対し注入量が $2\times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$ で平均化回数が 256 回の条件で全 7 機関によって測定した一次モードライフタイム値を示す。上記 CV 値は低 Mo 濃度のサンプルで 4.8%，中 Mo 濃度のサンプルで 5.3%，高 Mo 濃度のサンプルで 4.6%であった。以上の結果から、ばらつきは平均化回数が少なく設定してもエピ厚が厚い程小さい傾向が見られた。

附属書付図 8 にエピ厚 1.1, 2.7, $12\mu\text{m}$ の n/n+エピウェーハに対し注入量が $2\times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$ で平均化回数がそれぞれ 1024, 1024, 256 回の条件で全 7 機関によって測定した一次モードライフタイム値を示す。上記 CV 値はエピ厚 $1.1\mu\text{m}$ のサンプルで 8.8%，エピ厚 $2.7\mu\text{m}$ のサンプルで 4.4%，エピ厚 $12\mu\text{m}$ のサンプルで 4.5%であり良好なレベルであった。

4.4 測定値の経時変化 附属書付表 2 にエピ層中の 3 水準の Mo 濃度を有するエピ厚 3, 5, $10\mu\text{m}$ の p/p+エピウェーハとエピ厚 1.1, 2.7, $12\mu\text{m}$ の n/n+エピウェーハに対し注入量が $2\times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$ で平均化回数が p/p+エピウェーハでそれぞれ 1024, 512, 256 回の条件で、n/n+エピウェーハでそれぞれ 1024, 1024, 256 回の条件で機関 A によって 2001 年 3 月と同年 10 月に測定した一次モードライフタイム値とその平均値の差とその割合を示す。

附属書付表 2 各種 p/p+及び n/n+エピウェーハを機関Aで適正条件で測定した際の約7ヶ月間の経時変化を示す2測定時期における一次モードライフタイムとその平均値の差とその割合

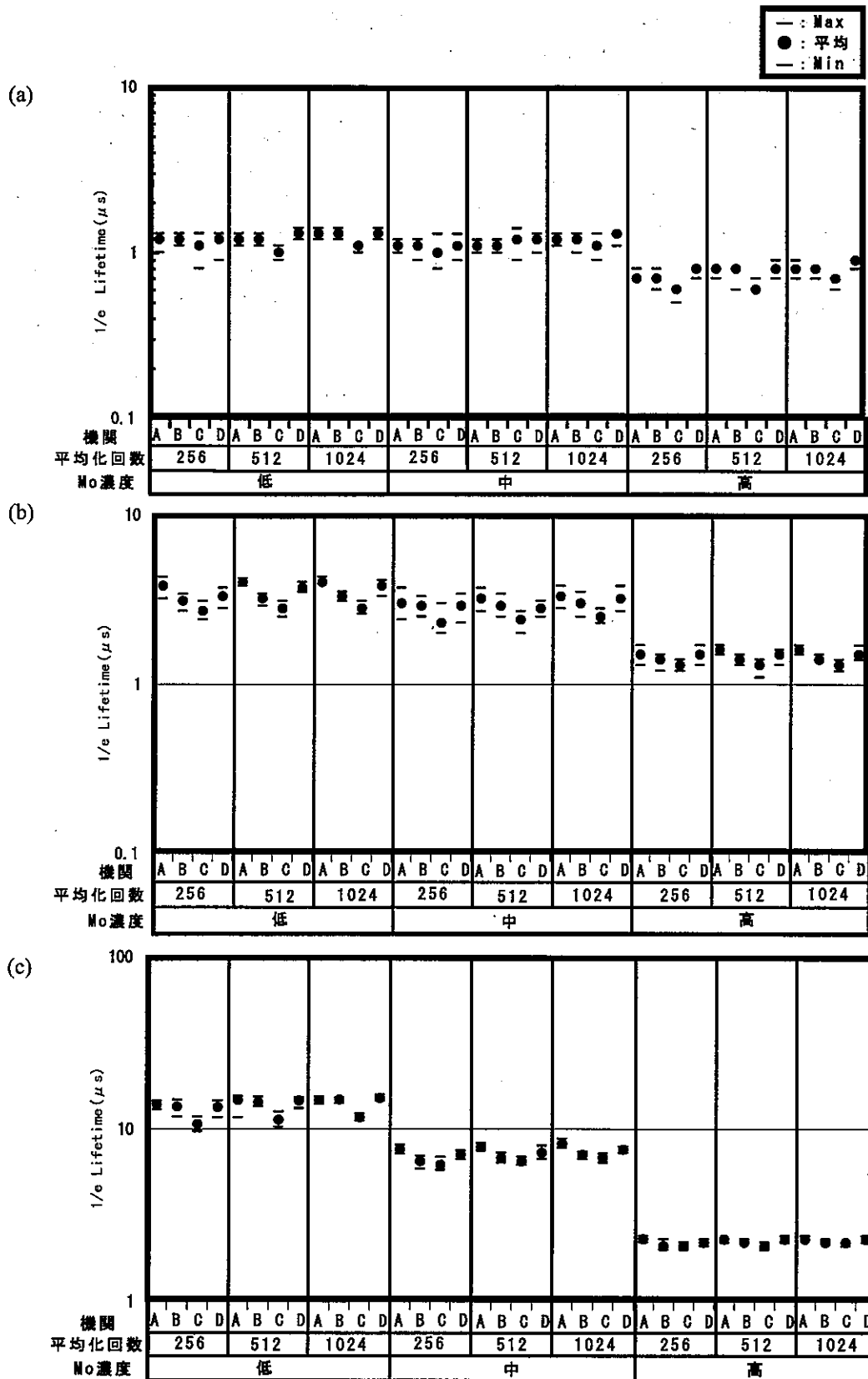
ウェーハ 種類	エピ厚/ 活性層厚 (μm)	平均化回数 (回)	Mo 濃度	一次モードライフタイム(μs) 測定年月: 2001年3月			一次モードライフタイム(μs) 測定年月: 2001年10月			平均値 の差 (μs)	平均値 の差の 割合(%)
				最長	平均	最短	最長	平均	最短		
P/p+	3	1024	低	4.02	3.60	2.88	3.83	3.34	2.98	-0.26	-7.2
			中	3.54	2.99	2.46	3.04	2.64	2.24	-0.35	-11.7
			高	1.65	1.44	1.25	1.67	1.43	1.23	-0.01	-0.7
	5	512	低	9.80	8.54	6.84	8.90	8.24	7.52	-0.30	-3.5
			中	6.44	5.57	4.85	6.42	5.47	4.64	-0.10	-1.8
			高	2.50	2.11	1.65	2.45	2.11	1.80	0	0
	10	256	低	19.7	18.2	15.8	20.1	18.2	16.6	0	0
			中	8.82	7.85	6.98	9.00	8.29	7.40	0.44	5.6
			高	2.58	2.32	2.07	2.54	2.35	2.12	0.03	1.3
N/n+	1.1	1024		0.50	0.39	0.30	0.49	0.38	0.31	-0.01	-2.6
	2.7	1024		1.45	1.26	1.10	1.43	1.25	1.08	-0.01	-0.8
	12	256		6.76	5.99	5.22	6.68	5.92	4.94	-0.07	-1.2

附属書付表 2 の結果が示すように、全水準のサンプルに対し平均値の差の割合はほぼ 10%以下で、本実験で用いた酸化による表面再結合抑制で経時変化はほとんど見られなかった。

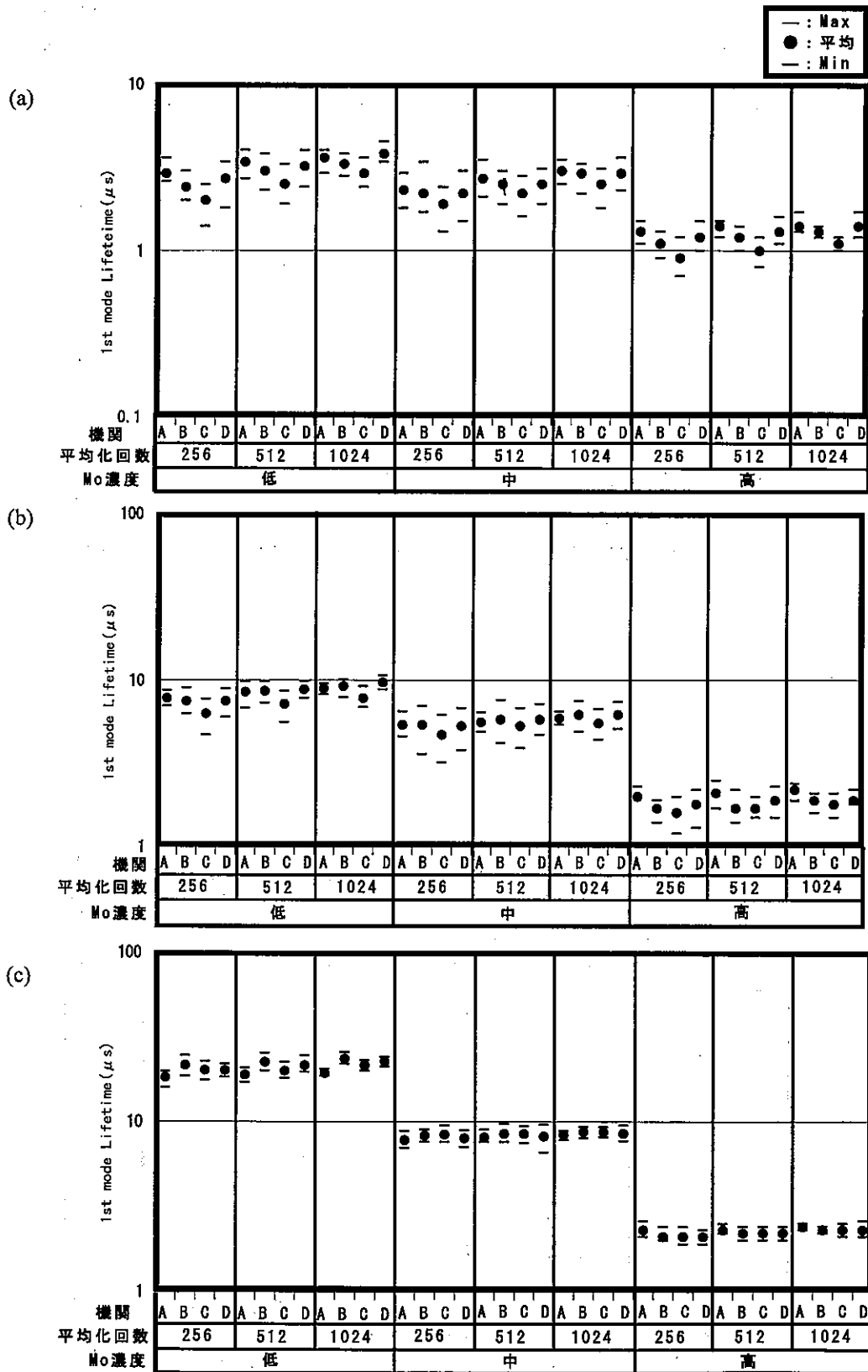
5. まとめ 最も Mo 濃度の水準間差が明確に見られるのは、一次モードライフタイムのモードで、キャリア注入量は $2 \times 10^{13} \text{photons/cm}^2$ の場合であった。この条件では平均化回数はエピ厚が $5 \mu\text{m}$ 未満では 1024 回、 $10 \mu\text{m}$ 未満では 512 回、 $10 \mu\text{m}$ 以上では 256 回以上が望ましい。

上記の適性な測定条件で測定した場合の各機関の平均値のばらつきは、p/p+, n/n+エピウェーハとも全水準で約 10%以下であった。

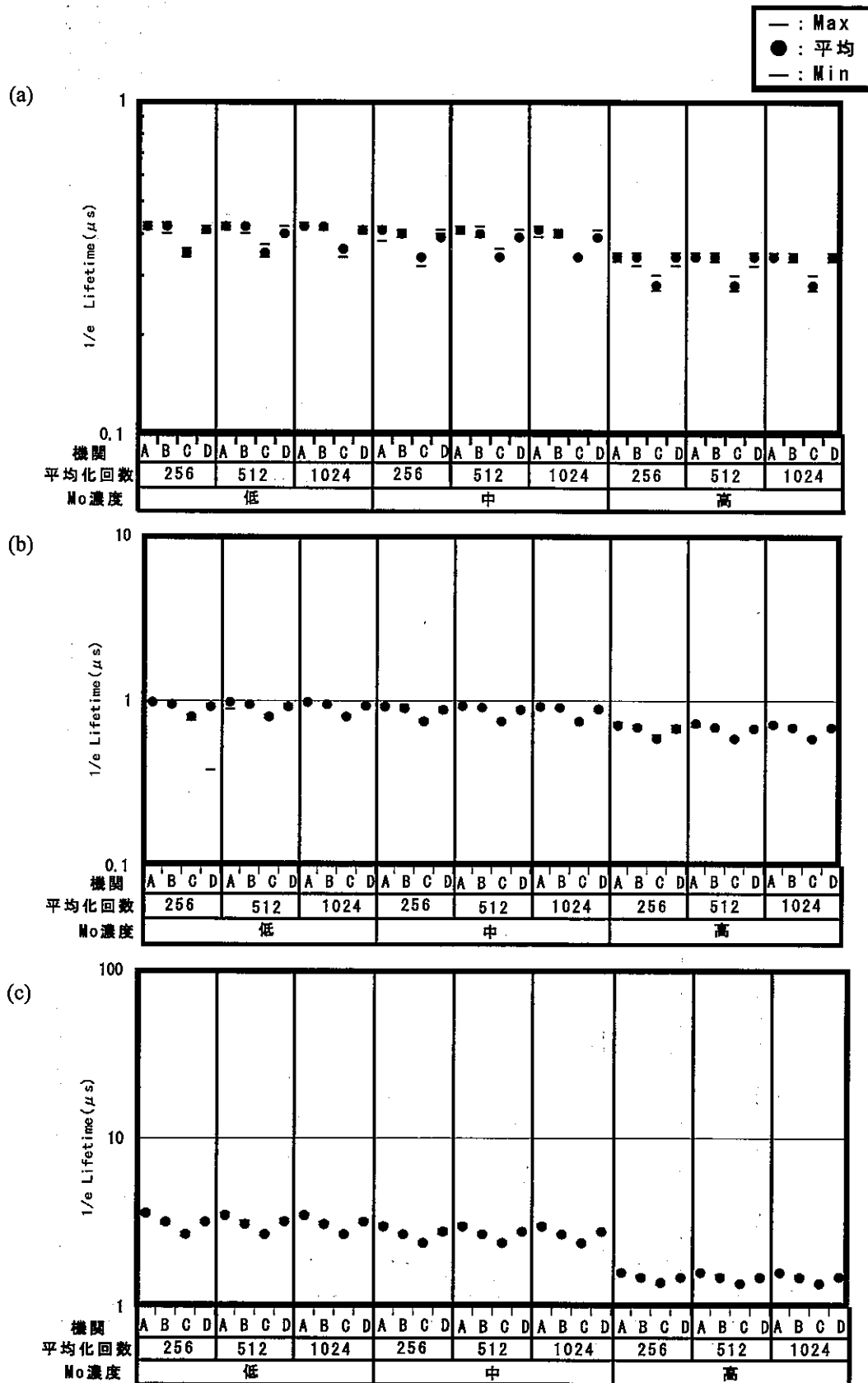
上記の適性な測定条件で同一機関によって測定した場合、約 7ヶ月間の経時変化の割合は約 10%以下であった。



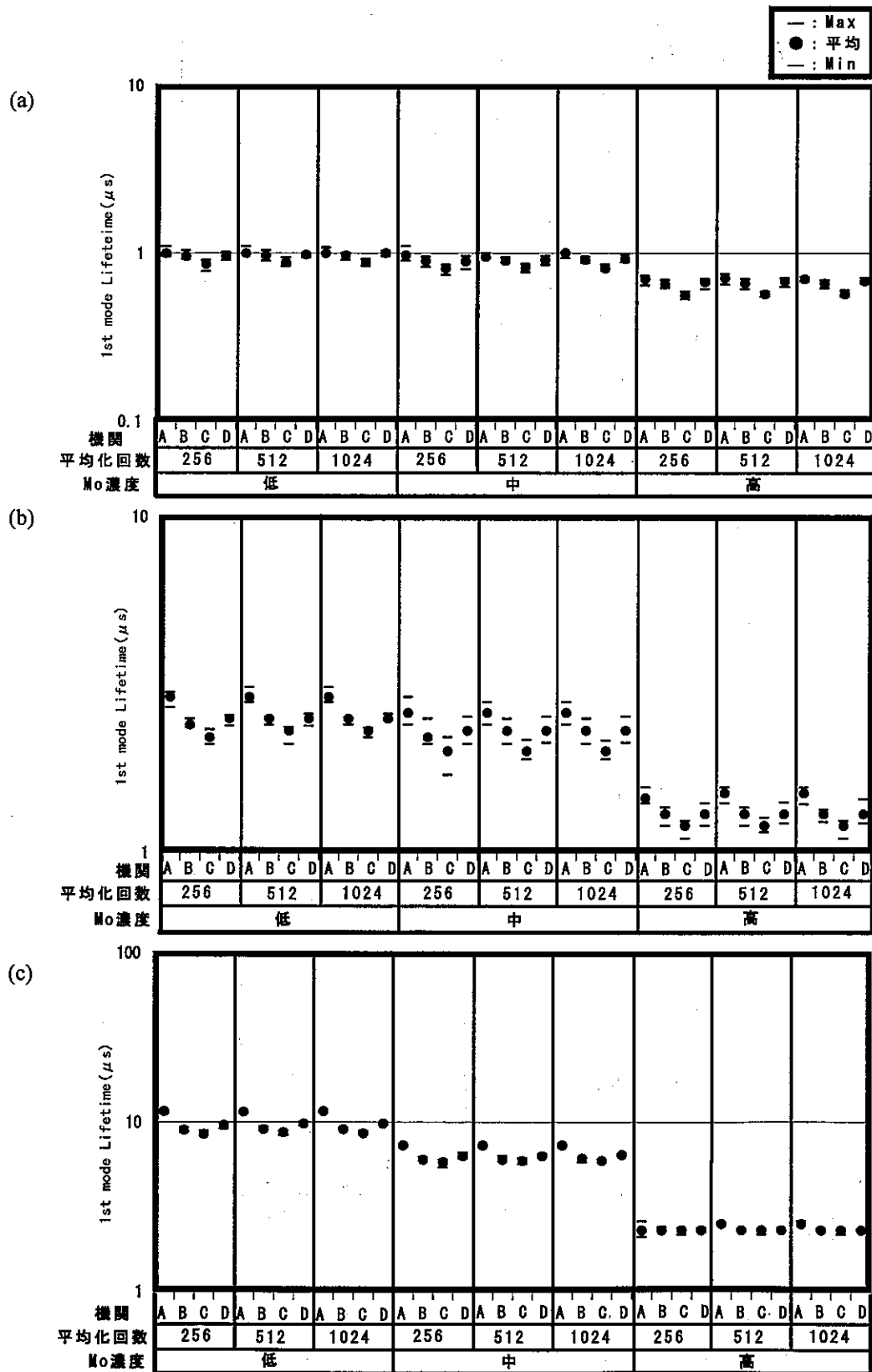
附属書付図1 エピ厚(a)3, (b)5, (c)10 μm の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$, 平均化回数が 256, 512, 1024 回の条件で 4 機関によって測定した 1/e ライフタイム



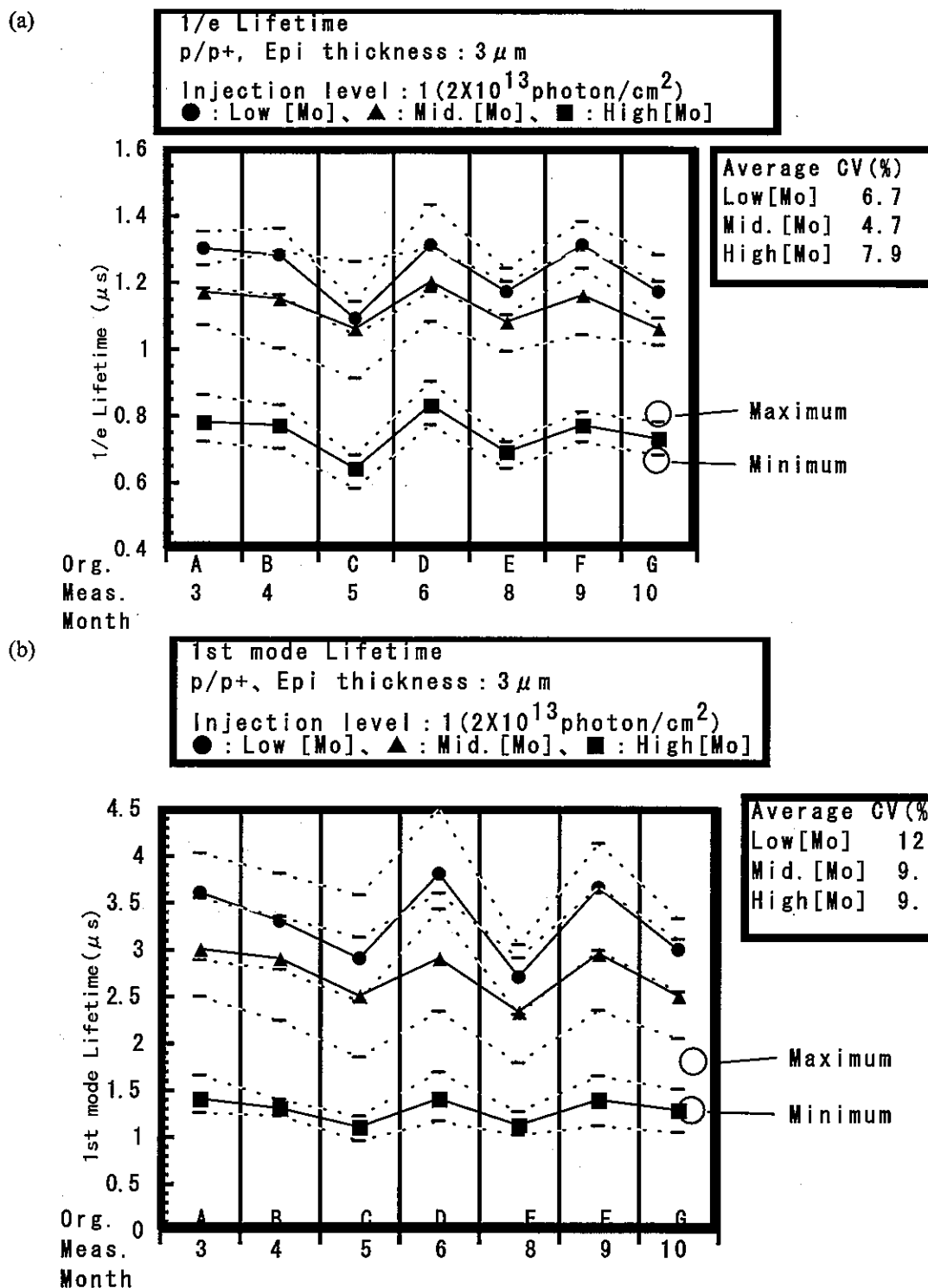
附属書付図2 エピ厚(a)3, (b)5, (c)10 μm の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{photons/cm}^2$, 平均化回数が 256, 512, 1024 回の条件で 4 機関によって測定した一次モードライフタイム



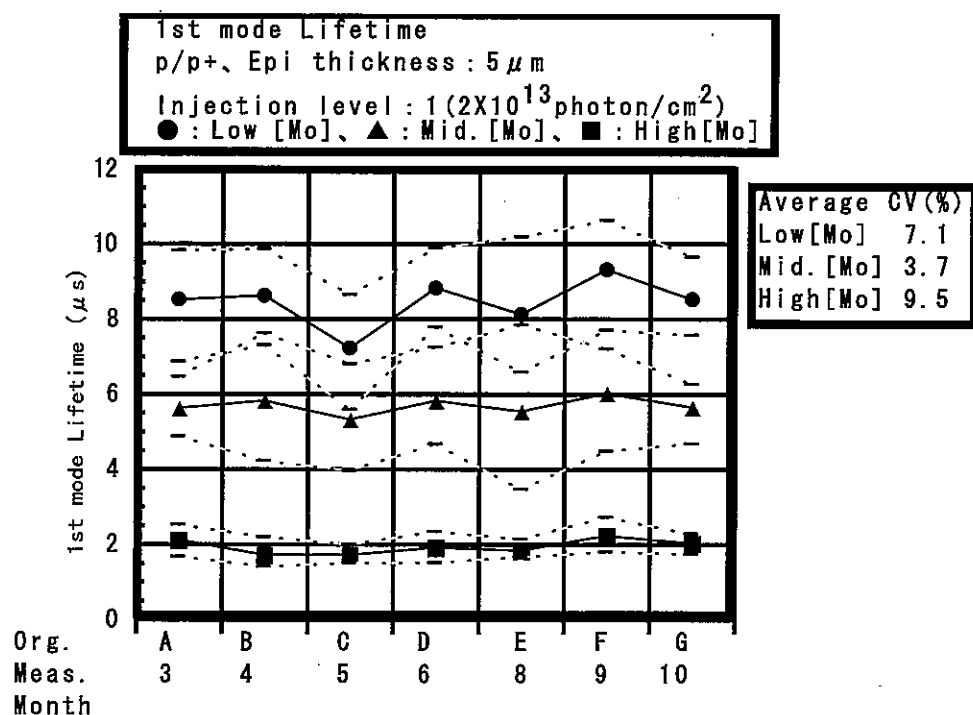
附属書付図3 エピ厚(a)3, (b)5, (c)10 μ m の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が 2×10^{14} photons/cm², 平均化回数が 256, 512, 1024 回の条件で 4 機関によって測定した 1/e ライフタイム



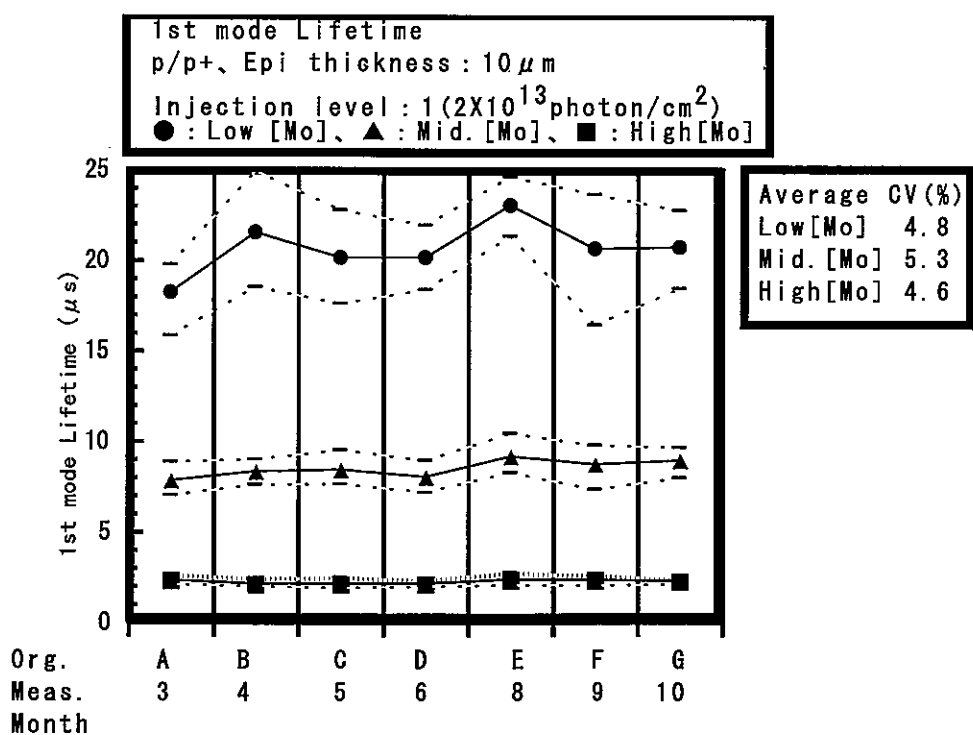
附属書付図4 エピ厚(a)3, (b)5, (c)10 μm の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{14} \text{ photons/cm}^2$, 平均化回数が 256, 512, 1024 回の条件で 4 機関によって測定した一次モードライフタイム



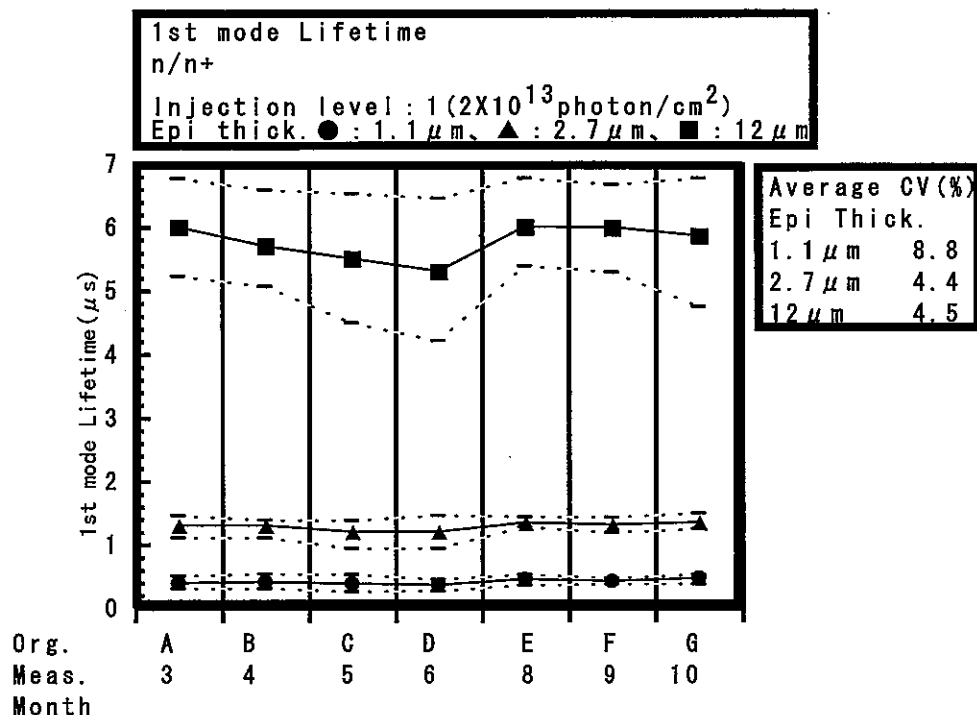
附属書付図5 エピ厚 $3\mu\text{m}$ の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$, 平均化回数が 1024 回の条件で 4 機関によって測定した (a) 1/e ライフタイムの平均値と最長, 最短値及び (b) 一次モードライフタイムの平均値と最長, 最短値



附属書付図6 エピ厚 $5\mu\text{m}$ の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$, 平均化回数が 512 回の条件で 7 機関によって測定した一次モードライフタイムの平均値と最長, 最短値



附属書付図7 エピ厚 $10\mu\text{m}$ の Mo 汚染した p/p+エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$, 平均化回数が 256 回の条件で 7 機関によって測定した一次モードライフタイムの平均値と最長, 最短値



附属書付図8 エピ厚 1.1, 2.7, 12 μm の Mo-汚染した n/n++エピウェーハをキャリア注入量が $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$, 平均化回数がエピ厚 1.1 と 2.7 μm で 1026 回, エピ厚 12 μm で 256 回の条件で 7 機関によって測定した一次モードライフタイムの平均値と最長, 最短値

参考規格及び参考文献

- | | |
|----------------|---|
| ASTM F 1535-94 | Standard Test Method for Carrier Recombination Lifetime in Silicon Wafers by Noncontact Measurement of Photoconductivity Decay by Microwave Reflectance |
| JIS C 6802-91 | レーザ製品の安全基準 |
| JIS H 0604-95 | シリコン単結晶の光導電減衰法によるライフタイム測定方法 |
| JEIDA-53-1997 | シリコンウェーハの反射マイクロ波光導電減衰法による再結合ライフタイム測定方法 |
| 00-基-19 | エピタキシャルウェーハのエピ層ライフタイム品質評価方法に関する調査研究報告書 |



Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3506

**The measurement method for recombination lifetime of the epilayer
of the silicon epitaxial wafer (p/p+, n/n+) by the short wavelength
excitation microwave photoconductive decay method**

Established in April, 2003

Prepared by

Silicon Technologies Committee

Managing Committee on Information Technology Standardization

Published by

Japan Electronics and Information Technology Industries Association

11, Kanda-Surugadai 3-shome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-0062, Japan

Printed in Japan

Translation without guarantee in the event of any doubt arising,
the original standard in Japanese is to be evidence.

JEITA standards are established independently to any existing patents
on the products, materials or processes they cover.

JEITA assumes absolutely no responsibility toward parties applying
these standards or toward patent owners.

© 2002 by the Japan Electronics and Information Technology Industries Association

All rights reserved. No part of this standard may be reproduced
in any form or by any means without prior permission in writing
from the publisher.

Contents

1. Scope	1
2. Terminology	1
2.1 Injection photon density	1
2.2 Excess carrier	1
2.3 Recombination	1
2.4 μ -PCD method	1
2.5 Differential μ -PCD method	1
2.6 Surface recombination	1
2.7 Recombination lifetime (τ)	1
2.7.1 Bulk recombination lifetime (τ_b)	1
2.7.2 Effective lifetime (τ_{eff})	1
3. Test environment	2
4. Outline of measurement method	2
5. Caution on measurement	2
6. Measuring device	2
6.1 Pulse light irradiator	3
6.2 Microwave irradiator/detector	3
6.3 Wafer stage	3
6.4 Analyzer	3
6.5 Controller/processor	3
7. Inspection of device	3
8. Measurement/analysis method	4
8.1 Sample	4
8.2 Pretreatment	4
8.3 Loading of a sample	4
8.4 Irradiation of microwave	4
8.5 Irradiation of pulse light	4
8.6 Analysis of decay curve and calculation of recombination lifetime	4
9. Recording method	5
Explanation	6
Annex (reference)	12

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

The measurement method for recombination lifetime of the epilayer of the silicon epitaxial wafer (p/p+, n/n+) by the short wavelength excitation microwave photoconductive decay method

1. Scope This standard specifies the measurement method for recombination lifetime of silicon epitaxial wafer (epiwafer; p/p+, n/n+) by the microwave photoconductive decay method (the short wavelength excitation μ -PCD method) using short wavelength excitation light source.

2. Terminology The definitions of main terms used in this standard are as follows.

2.1 Injection photon density The number of photons that are injected by an optical pulse, per unit area ($/\text{cm}^2$). It may be called the carrier injection density.

2.2 Excess carrier The electrons and holes that are generated by an optical pulse in the sample.

2.3 Recombination Phenomenon in which excess carriers are recombined and disappear.

2.4 μ -PCD method The method to measure the photoconductive decay by microwave that follow generation of excess carries by an optical pulse.

2.5 Differential μ -PCD method The method that mount the microwave waveguide for signals equipped with the excitation light source that generates an optical pulse and the microwave waveguide for reference, and detect variation of excess carriers from the difference of the microwave power of both waveguides.

2.6 Surface recombination Phenomenon in which excess carriers are recombined and disappear on the front or back surface of a sample.

2.7 Recombination lifetime (τ) The time required for the concentration of excess carriers to decay down to $1/e$ by recombination. It is roughly divided into the following two kinds.

2.7.1 Bulk recombination lifetime (τ_b) The lifetime that is determined by the defect in crystal and impurity concentration and that is peculiar to the raw-material crystal.

2.7.2 Effective lifetime (τ_{ef}) The lifetime that is directly obtained from measurement. For the μ -PCD method, it is obtained as a time constant of decay of reflective microwave power. It is the quantity which reflects the crystallinity and surface condition of a sample but also injection photon density. Especially for measurement of epilayer lifetime, it is the quantity which also depends significantly on the epilayer thickness. The following two kinds are mainly used according to the decay part to be adopted.

(1) **1st mode lifetime (τ_1)** Time constant of decay obtained from such decay part (1st mode part) that is deemed to be the exponential function of reflective microwave power. For the short wavelength excitation μ -PCD method, it is the quantity which reflects the crystallinity and surface conditions of a sample.

(2) **1/e lifetime (τ_e)** The time required for reflective microwave power to decay down to $1/e$ of the power at the time of optical pulse irradiation. For the short wavelength excitation μ -PCD method, it is the quantity which reflects not only the crystallinity and surface conditions of a sample but also injection photon density.

3. Test environment A measuring device shall be installed in the environment of room temperature ($23 \pm 3^\circ\text{C}$), humidity of 30% to 70% and atmospheric pressure of 860hPa to 1060hPa.

Remark Although mechanical vibration is not limited for installation environment, the measurement result may be affected depending on the degree of mechanical vibration. Accordingly, caution is required.

4. Outline of measurement method When excess carriers are generated by the optical pulse in which the penetration length to silicon is shorter than epilayer thickness, and if a sample has low resistivity of substrate like the p/p+ (++) or n/n+ (++) wafers ⁽¹⁾, then excess carriers stay in the epilayer layer, causing its conductivity to increase. According as excess carriers disappear by the recombination, their conductivity decreases. The change can be detected with the reflectivity of the microwave which was irradiated in the same location. By analyzing the time variation, it is possible to measure the recombination (effective) lifetime of an epilayer.

Note ⁽¹⁾ Generally, p+ and n+ refer to the substrate with resistivity of $0.05 \Omega \text{ cm}$ or less, while p++ and n++ refer to the substrate with resistivity of $0.01 \Omega \text{ cm}$ or less in most cases.

5. Caution on measurement For evaluation of an epilayer, it is necessary to confine excess carriers in an epilayer. Therefore, use a sample of the epitaxial silicon wafers of p/p+ (++) or n/n+ (++) . Moreover, the recombination (effective) lifetime is strongly influenced by the epilayer thickness ⁽²⁾ and the injection photon density. For mutual evaluation and data exchange between organizations, it is required to unify the measurement condition in consideration of accuracy of measurement.

Note ⁽²⁾ Refer to 00-KI-19.

6. Measuring device A measuring device for recombination lifetime of epiwafer is shown in Fig. 1. A measuring device consists of a pulse light irradiator, microwave irradiator/detector, wafer stage, analyzer, and controller/processor. Each component shall have the performance specified below. Conductivity of a sample must correlate with the reflective microwave power which is received by the microwave irradiator/detector in a monotonous increase or a monotonous decrease. For that purpose, the phase of microwave is required to be adjusted.

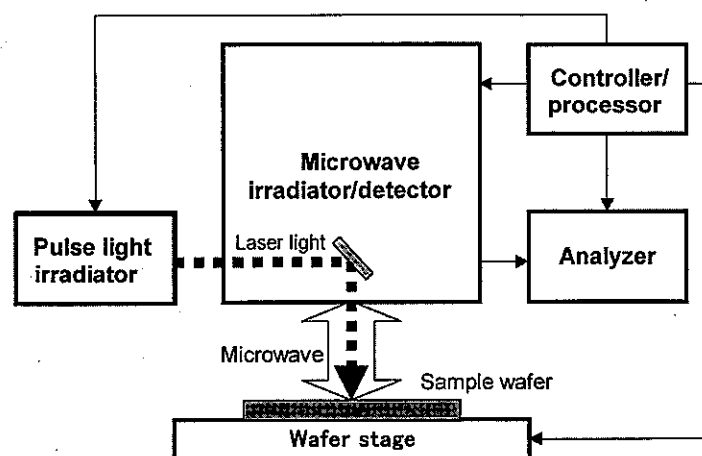


Fig. 1 Block diagram of measuring device for recombination lifetime of epiwafer

6.1 Pulse light irradiator Unit which has the laser ⁽³⁾ whose wavelength is 330 to 550nm. The pulse width shall be 10ns or less. The injection photon density shall be $5 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ or less ⁽⁴⁾.

Note ⁽³⁾ Generally, laser with a wavelength of 523nm is used. Although the laser of other wavelength may be used, recording and reporting are required in that case.

Note ⁽⁴⁾ Generally, $2 \times 10^{13}/\text{cm}^2$ is used. When the injection photon densities other than this density are used, recording and reporting are required.

Remark A pulse light irradiator shall have a cover to prevent direct sight of laser light, and an interlock device for cover opening and closing motion (While an interlock is canceled, a pulse light irradiator must not be operated).

6.2 Microwave irradiator/detector Unit which has the microwave source whose frequency is 10 to 100GHz and measures the reflective power at the sample surface ⁽⁵⁾.

Note ⁽⁵⁾ Generally, the differential μ -PCD detection system which has a microwave source with a frequency of 26GHz is used. Although the other microwave frequency and detection systems may be used, recording and reporting are required in that case.

Remark A microwave detector must keep the intensity of reflective microwave leaking from the detector to outside at the level of $1 \text{ mW}/\text{cm}^2$ or less.

6.3 Wafer stage Unit which holds a sample at the desired X and Y position relative to the source of a pulse light.

Remark 1 A wafer stage may have the heater which controls the temperature of a sample. If the temperature of a sample lies outside of the temperature range specified in "3. Test environment", then recording and reporting are required.

2 A wafer stage may have a computer-assisted X-Y or the R- θ movement mechanism which enables mapping on the sample surface. It may also have a loader and a transfer mechanism which measure plural samples automatically.

6.4 Analyzer It shall have an appropriate signal processor and a display unit. A sampling interval shall be 1/100 or less ⁽⁶⁾ of the measured lifetime.

Note ⁽⁶⁾ If the sampling intervals are equal to and more than 1/100, then recording and reporting are required.

6.5 Controller/processor Although manual measurement is possible, it is desirable to use an appropriate computer-assisted controller/processor in order to control the following: loading/unloading of a sample, stage movement, operation of pulse light source and detector, analysis of decay signal, statistical analysis of data, recording and storage of data, and printing or plotting of results.

7. Inspection of device When the same spot of a standard wafer ⁽⁷⁾ is measured 10 to 20 times, it shall be confirmed that the repeatability ⁽⁸⁾ of the peak value of a signal shall be 10% or less and that the repeatability ⁽⁸⁾ of lifetime is 5% or less.

Note ⁽⁷⁾ Use the p/p+ (++) or n/n+ (++) wafer which has been controlled in the clean environment. An epilayer thickness should be $10 \mu\text{m}$ or more.

Note ⁽⁸⁾ (Maximum minus minimum of measured values)/(2 \times averages).

8. Measurement/analysis method

8.1 Sample A sample is the epitaxial silicon wafer of p/p+ (++) or n/n+ (++) . For the thickness of epilayer, refer to Remarks.

Remark The laser describe in 6.1 has the Si penetration length of $1\ \mu\text{m}$ or less. Therefore, it is theoretically possible to measure the lifetime of the sample having an epilayer of $1\ \mu\text{m}$ thick or more. However, measurement of a thin wafer with an epilayer of less than $5\ \mu\text{m}$ thick is feared to result in the decrease of sensitivity for detection of contamination in epilayer. A caution is required.

8.2 Pretreatment Surface recombination can be suppressed by the heat treatment including oxidation in the following gas atmosphere.

Liquid oxygen	Purity	99.8% or more
Oxygen gas	Dew point	-72°C or less
Hydrogen gas	Purity	99.999% or more; dew point -110°C or less
Nitrogen gas	Purity	99.999% or more; dew point -110°C or less

In order to suppress surface recombination and to measure a recombination (effective) lifetime, it is necessary to perform thermal oxidation (950°C to 1050°C) which forms the oxide film with low interface level density ($\text{Dit} < 10^{10}$ order/ $\text{cm}^2 \cdot \text{eV}$). The oxidation conditions shall be as follows. The oxidation treatment shall not produce the oxidation precipitation which might affect a recombination lifetime. Any metallic impurities shall not be mixed. In order to prevent metallic impurities from being mixed, the surface of sample shall be washed, before oxidation, to eliminate metallic impurities thereon. A heat treatment furnace and jigs must be sufficiently clean.

Remark If the surface recombination can be suppressed to the extent that it does not affect measurement of the recombination lifetime of the epilayer of a sample, and if a stable surface can be obtained, then other passivation methods may be used. In that case, however, recording and reporting are required

8.3 Loading of a sample A sample shall be loaded on a wafer stage so that the pulse light and microwave can be irradiated to the measuring position of a sample.

8.4 Irradiation of microwave Microwave shall be irradiated. Then, the analyzer shall perform sampling of the power of the microwave reflected by the sample. A recorder shall record the result.

8.5 Irradiation of pulse light A pulse light irradiator shall irradiate pulse light to a sample.

8.6 Analysis of decay curve and calculation of recombination lifetime A recorder shall record variation (decay curve: refer to Fig. 2) of the power of the reflective microwave and give a recombination (effective) lifetime. In Fig. 2, t_0 represents the moment that excess carriers are injected by optical pulse into a sample. The time constant of decay obtained from such decay part that is deemed to be the exponential function of the decay curve, is the 1st mode lifetime (τ_1). The reflective microwave power V_A at t_A is supposed to decay by the recombination of excess carriers down to $1/e$ ($=0.368$), and to reach V_B at t_B . Then, $\tau_1 = t_B - t_A$. Moreover, the reflective microwave power V_0 at t_0 is supposed to decay down to $1/e^2$ (0.135) and to reach V_2 at t_2 . Then, $t_1 - t_0$ is equal to $1/e$ lifetime (τ_e). Furthermore, when the deviation from an exponential function is not large, τ_1 can be replaced by $t_2 - t_1$.

The lifetime may be obtained from a single measurement of decay, but, if the signal-to-noise ratio (S/N) is not sufficiently high, it is recommended to repeat the measurement and average the decay curve. τ_1 may be obtained by fitting an exponential curve to the decay curve.

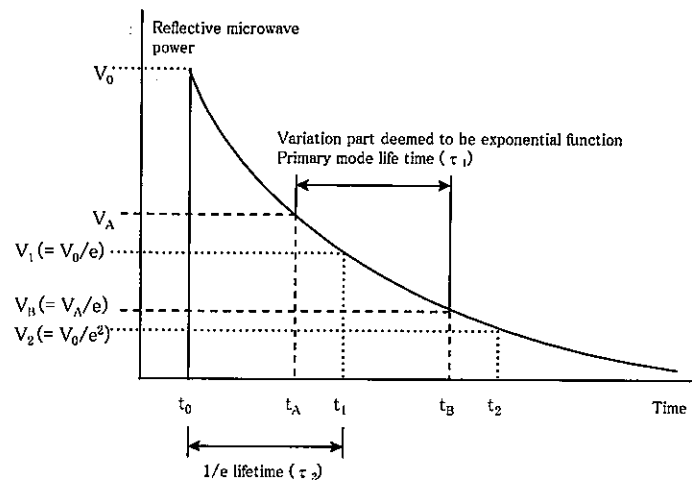


Fig.2 Decay curve

9. Recording method The following information should be reported.

- (1) Test time and date
- (2) Manufacturer and model of device
- (3) Pretreatment (surface recombination suppression) method for sample
- (4) Conditions of sample (epilayer thickness etc.)
- (5) Measurement result

Remark Specify clearly whether the measured value is 1st mode lifetime (τ_1) or 1/e lifetime (τ_e).

**Explanation for the measurement method for recombination lifetime of the epilayer
of the silicon epitaxial wafer (p/p+, n/n+) by the short wavelength
excitation microwave photoconductive decay method**

The following description have been compiled to describe the matters provided in the standard proper and their associated matters, and is not part the standard.

1. Background of establishment of standard In recent years, ULSI and other devices have been increasingly miniaturized and integrated. As a result, high-tech devices use more and more epiwafers (p/p+, n/n+) which have substrates with lower resistivity, because epiwafers are advantageous over other types of silicon wafers in several respects. For example, their features include integrity of active region of device, gettering capacity, resistance for latch up, etc. On the other hand, epiwafers are feared to present serious problems in their manufacturing process, such as heavy metal contamination and defect formation in epilayers. Therefore, it is necessary to standardize the measurement method for recombination lifetime as a means of quality evaluation of epiwafer contamination, and crystal defects etc.

Incidentally, silicon wafers are specified by JEIDA-53-1997, ASTM F 1535-94 and other standards. But, epiwafers are not specified by any standards. This is another reason for establishment of this standard.

2. Process of establishment of standard For the above-mentioned reasons, the increasing importance of lifetime evaluation of epilayers was predicted by Wafer Measurement Standard Technical Committee of JEIDA and its subordinate Epilayer Lifetime Quality Evaluation Method Working Group. Accordingly, nine organizations participated in the following project with the main purpose of selection of devices to be standardized. The project lasted from May 1997 to January 2000. The nine organizations evaluated the following measuring devices for epilayer lifetime which were available in the market. The devices were the short wavelength excitation μ -PCD method, the short wavelength excitation photoluminescence method, the alternating-current SPV method, the short wavelength excitation Kelvin probe method, the no contact C-t method and the corona discharge Kelvin probe method. Every device had its own merits and demerits. Finally, the short wavelength excitation μ -PCD method was selected to be standardized, because of its clear correspondence with Fe and Mo contamination as well as simplicity of measurement (refer to 00-KI-19).

For standardization, it was necessary to grasp the appropriate conditions of measurement, the degree of data variation between organizations and the secular change. Therefore, round-robin measurement was carried out. In July 2000, members were recruited to form newly Epilayer Lifetime Measurement Standardization Working Group and to start activity. In August 2000, seven organizations started round-robin measurement. They finished the measurement in January 2002. The result of round-robin measurement was reflected on this standard. This standard was established in April 2003.

Remark When the Japan Electronic Industries Development Association (JEIDA) and the Electronic Industries Association of Japan (EIAJ) merged in November 2000, the Japan Electronics and Information Technology Industries Association (JEITA) was formed.

3. Principle If the optical pulse has higher energy than the band gap of silicon in an epilayer, and it is irradiated, then it generate surplus free electrons and free holes (excess carriers) in the conduction band and the valence band, respectively. If the penetration length of light is shorter than the thickness of an epilayer, and if the resistivity of a substrate is low like p/p+ (++) or n/n+ (++) , then the potential barrier in an epilayer/substrate interface prevents the excess carriers from being diffused into the substrate. The generated excess carriers stay in an epilayer, are recombined and disappear via the impurity level of metallic contamination and crystal defects which were formed in the forbidden band. The recombination process of carriers decreases the conductivity of an epilayer, which, in turn, can be monitored by the change of reflectivity of microwave. Analysis of the shape of the decay curve can give a recombination lifetime of an epilayer (the μ -PCD method). If the concentration of impurity level increases, then a recombination lifetime decreases. Therefore, if the recombination lifetime is obtained by performing the test specified in this standard, the result will give the degree of metallic contamination and crystal defects in an epitaxial wafer.

In this test method, however, if the resistivity of a substrate is low like p/p+ (++) or n/n+ (++) wafer, and if an epilayer is thin, then the recombination lifetime will become short, and the sensitivity for contamination will become significantly low (refer to 00-KI-19). The following two causes are possible.

- (1) The volume density of excess carriers in an epilayer increases according as an epilayer becomes thinner. Consequently, the density of excess carriers in an epilayer increases, causing non-linear recombination. Excess carriers go over potential barrier at the interface, flowing into a substrate. They disappear via the recombination center which is formed by high-concentration dopants. As a result, the total lifetime observed becomes short.
- (2) The interface level in an epilayer/substrate interface serves as a recombination center. A certain percentage of the excess carriers which reached the interface by diffusion disappears. For this reason, if an epilayer is thinner, then an observed lifetime is shorter.

This test cannot generally identify impurity elements. But, it can identify some specific impurity elements within a limited range. Moreover, mapping measurement of a sample can sometimes infer the origin of contamination induced in manufacturing process of semiconductors.

4. Explanation of items in standard

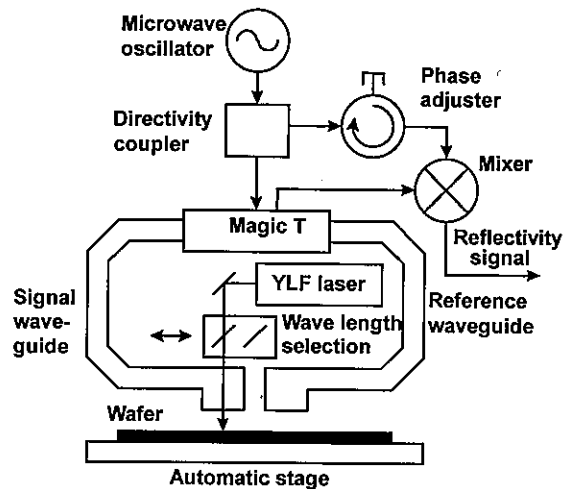
4.1 Sample (8.1 of the main text) In this standard, a sample is an epiwafer of p/p+ (++) or n/n+ (++) because of the following reason. In order to measure the lifetime, the injected excess carriers in an epilayer must be confined by the potential barrier formed in epi/substrate interface of the above-mentioned wafer.

4.2 Measuring device (6. of the main text)

4.2.1 Pulse light irradiator (6.1 of the main text) The light penetration length d into silicon (the distance required for the intensity to decrease down to $1/e$) decreases according as the wave length λ becomes shorter. For example, the light of $\lambda=1000\text{nm}$ (infrared) gives $d=\text{about } 200\text{ }\mu\text{m}$; $\lambda=500\text{nm}$ (bluish green color), $d=0.5\text{ }\mu\text{m}$ or so; and $\lambda=400\text{nm}$ (ultraviolet), $d=0.1\text{ }\mu\text{m}$ or less. Accordingly, if the light of $\lambda=500\text{nm}$ or so is irradiated, and if the epilayer of a sample is equal to and thicker than $1\text{ }\mu\text{m}$, then excess carriers can be confined in a epilayer, and the recombination (effective) lifetime of an epilayer can be measured. The light sources to meet this specification include YAG laser, double harmonic ($\lambda=532\text{nm}$), triple harmonic ($\lambda=355\text{nm}$); YLF laser, double harmonic ($\lambda=523\text{nm}$), triple harmonic ($\lambda=350\text{nm}$); and N_2 laser ($\lambda=337\text{nm}$).

At the surface of a sample, an optical axis must be adjusted so that the pulse light and the microwave are irradiated to the same position on the surface.

4.2.2 Microwave irradiator/detector (6.2 of the main text) The frequency f of microwave is an important factor for detecting the variation of excess carriers of an epilayer. If the penetration length D of the microwave to p^+ ($++$) or n^+ ($++$) substrate is shorter, the power of reflected microwave will include the change in carriers of an epilayer more faithfully. For example, if the resistivity of substrate silicon is $0.01 \Omega \cdot \text{cm}$, then the frequency $f=10\text{GHz}$ gives $D=50 \mu\text{m}$; $f=26\text{GHz}$, $D=30 \mu\text{m}$; and $f=100\text{GHz}$, $D=15 \mu\text{m}$, approximately.



Explanation Fig. 1 Configuration of differential μ -PCD method

The p^+ ($++$) and n^+ ($++$) substrates doped with dopants, such as boron and antimony, in high concentration. These dopants produce free carriers, such as holes and electrons at room temperature, and those carriers reflect microwave at high efficiency. Therefore, if the method described in JEIDA-53-1997 is used to measure the p/p^+ ($++$) and n/n^+ ($++$) wafers and other wafers, the microwave detector will be saturated. As a result, it will be difficult even to detect the change of excess carriers injected into epilayers. At the same time, a detecting signal is influenced by a microwave noise, resulting in significant deterioration of S/N, and making it difficult to obtain a recombination lifetime with a high accuracy. In order to solve this problem, "a differential μ -PCD method" of configuration shown in Fig. 1 has been developed. The microwave with a frequency of 26GHz is oscillated from the microwave oscillator, passing a directivity coupler, and being branched by a magic T into two waveguides. After the microwave have been introduced into both waveguide, they are reflected on a measurement wafer surface, passing the magic T again, being mixed by a mixer with the phase-adjusted microwave, and becoming the reflectivity signal. The microwave irradiated to the wafer from the reference waveguide is reflected with the reflectivity based on the conductivity which is determined by free-carrier density in a wafer. On the other hand, the signal waveguide is equipped with a semiconductor laser excitation Nd-YLF laser. It has a wavelength selector which can irradiate the light of wavelength of 523nm or 1047nm to a wafer. If pulse irradiation of the laser beam generates excess carriers on the wafer surface, conductivity will increase. As a result, the power of reflective microwave will increase. The output of magic T is equal to a difference between the signal microwave power and the reference microwave power. Therefore, a mixer output will have correlation with the density of excess carriers produced in the wafer. The time dependence analysis of signal will give the minority carrier lifetime of wafer. Thus, the differential μ -PCD method can extract only a

differential of the wafer conductivity which is caused by irradiation of a laser beam. Thanks to this feature, this method is applicable to the wafer with low resistivity of 0.001 to 0.1 Ω cm, and the epiwafer whose substrate is low resistivity (for these wafers, the reflectivity of microwave is as high as that of a metal). In addition, the detector output is not saturated, and the detector can operate in a satisfactorily linear region. Moreover, it can cancel the noise of a microwave oscillator or the external disturbance caused by mechanical vibration. Therefore, it is possible to detect the change of reflectivity signal with a high S/N.

The microwave reflected on the sample surface must return to a detector efficiently. The sample conductivity must correlate with the microwave power received by the detector. In order to maintain correlation, it is necessary to adjust the phase of microwave inside an antenna.

4.2.3 Wafer stage (6.3 of the main text) By using the light source with a narrow beam and the wafer stage which moves relative to the light source, measurement is made at every point on the wafer. Thus, it is possible to draw a distribution map of recombination lifetime.

4.3 Recording method (9. of the main text)

4.3.1 Conditions of sample (epilayer thickness etc.) (9 (4) of the main text) As described in 3, Principle of this explanatory note, in this test method, if the resistivity of a substrate is low like the p/p+ (++) or n/n+ (++) wafer, a thin epilayer results in a shorter lifetime of recombination. The sensibility to contamination also falls off greatly. Therefore, this test method is applied to measurement of an epiwafer with a substrate of low resistivity, the thickness of an epilayer must be recorded/reported.

4.4 Accuracy (8. of the main text) Accuracy was confirmed by the result of round-robin measurement made in the period from August 2000 to January 2002. The tested wafers were 12 kinds in total as follows.

Type of wafer	p/p+	n/n+
Size (inches)	8	5
Thickness of epilayer (μ m)	3, 5, 10	1.1, 2.7, 12
Mo contamination concentration (cm^{-3})	$<10^{11}$, up to 1×10^{12} , 5 to 10×10^{12}	—
Kinds	9	3

Seven organizations in total participated in the measurement. The appropriate measurement condition was selected as follows according to thickness of epilayer. The variation between organizations was recorded at all test levels as 12% or less for p/p+ and 9% or less for n/n+. The 1st mode lifetime is more recommendable than the 1/e lifetime, because the former has higher sensitivity for heavy metal contamination. The recommendable injection photon density is $2 \times 10^{13} \text{cm}^{-2}$. The recommendable number of averaging according to thickness of epilayer should be as follows: for less than 5 μ m, 1024; for less than 10 μ m and 5 μ m or more, 512; and for 10 μ m or more, 256. This condition is presented with a top priority being given to sensitivity for heavy metal. Therefore, it should be additionally noted that this standard is not intended to specify such condition.

When the surface passivation method employed thermal oxidation (oxidation in dry oxygen gas at 1000°C for 30 min and keep in nitrogen gas at 1000°C for 1 hr), the seven-month secular change was 12% or less and 3% or less for p/p+ and n/n+, respectively.

This test method shall be used after the testing organizations specify mutually the pretreatment condition and the sample condition (thickness of epilayer etc.).

5. Committee member

Managing Committee on Information Technology Standardization

Chairman	Akira Shibata	DENSO WAVE INCORPORATED
----------	---------------	-------------------------

Silicon Technologies Committee

Chairman	Michio Tajima	Institute of Space and Astronautical Science (2003. 2~)
Chairman	Yasuo Tarui	Tokyo University of Agriculture and Technology (~2003. 2)
Co-Chairman	Shigeo Okayama	National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
Co-Chairman	Toshihiko Kanayama	National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
Co-Chairman	Hiroshi Koyama	JEOL Ltd.
Member	Naohisa Inoue	Osaka Prefecture University
Member	Hiromichi Ohashi	Toshiba Corp.
Member	Tetsuo Fukuda	FUJITSU LIMITED
Member	Morimasa Miyazaki	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Yukio Matsumoto	Accent Optical Technologies Co., Ltd.
Member	Hisaya Imai	Asahi Kasei Microsystems Co., Ltd.
Member	Manabu Tsujimura	Ebara Corporation
Member	Akira Yamaguchi	MEMC Japan Ltd.
Member	Hiroshi Morohoshi	Canon Inc.
Member	Hiroshi Isaji	Canon Inc.
Member	Kenichi Shindo	KURODA Precision Industries Ltd.
Member	Yasuhide Nakai	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Mitsuo Kohno	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Takao Takenaka	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Takashi Shimada	Sony Corp.
Member	Seiji Fujino	DENSO CORPORATION
Member	Moriya Miyashita	Toshiba Corp.
Member	Yoshiaki Matsushita	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Masanori Yoshise	JAPAN ADE LTD.
Member	Tomohisa Kitano	NEC Corp.
Member	Seiichiro Kobayashi	Eastern Japan Semiconductor Technologies
Member	Sadao Nakajima	Hitachi Kokusai Electric Inc.
Member	Naoyuki Kawai	Hitachi, Ltd.
Member	Toshio Nakanishi	Fujitsu Laboratories Ltd.
Member	Keiichi Yoshizumi	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Hiroshi Ohishi	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Yasuhiro Shimizu	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Yoji Mashiko	Mitsubishi Electric Corp.

Member	Hideo Sakai	RAYTEX CORPORATION
Member	Masahiro Miyauchi	Wacker NSCE Corp.
Secretariat	Makoto Nakase	Japan Electronics and Information Technology Industries Association
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association

Wafer Measurement Standard Technical Committee

Chairman	Morimasa Miyazaki	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Naohisa Inoue	Osaka Prefecture University
Member	Tomoaki Takenawa	Accent Optical Technologies Co., Ltd.
Member	Norio Nakamura	MEMC Japan Ltd.
Member	Noriaki Homma	Canon Inc.
Member	Shingo Sumie	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Kei Matsumoto	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Masaru Shinomiya	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Ritsuo Takizawa	Sony Corp.
Member	Ryuji Takeda	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Hiromasa Kikuchi	NEC Corp.
Member	Shigeaki Saito	Hitachi, Ltd.
Member	Hiroshi Kaneta	Fujitsu Laboratories Ltd.
Member	Kenji Yoneda	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Yasuhiro Kimura	Mitsubishi Electric Corp.
Member	Atsushi Ikari	Wacker NSCE Corp.
Guest Member	Hiroshi Koyama	JEOL Ltd.
Guest Member	Kenichi Kawai	Kawai Standard Consulting
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association

Epilayer Lifetime Measurement Standardization Working Group

Chairman	Morimasa Miyazaki	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Yukio Okunuki	MEMC Japan Ltd.
Member	Shingo Sumie	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Kei Matsumoto	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Tomosuke Yoshida	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Jyun Yoshikawa	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Kazuhiro Fusegawa	SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION
Member	Kouichi Kitahara	Wacker NSCE Corp.
Secretariat	Hideo Kogure	Japan Electronics and Information Technology Industries Association

Annex (reference) The round-robin measurement for lifetime of the epilayer of the epitaxial wafer (p/p+, n/n+) by the short wavelength excitation microwave photoconductive decay method (short wavelength excitation μ -PCD method)

1. Purpose The purpose is to grasp the following parameters: appropriate measurement condition (injection photon density, number of times of averaging); variation of measured value between organizations; and presence or absence of secular change of measured value.

2. Experiment

2.1 Sample specification The round-robin measurement used the epiwafer of the following specifications.

- (1) p/p+ epiwafer: 8 inches; epi-resistivity, $10\ \Omega\text{cm}$; B substrate resistivity, 10 to $20\text{m}\ \Omega\text{cm}$; orientation, $\langle 100 \rangle$; epi-thickness, ~ 3 , ~ 5 , $\sim 10\ \mu\text{m}$
- (2) n/n+ epiwafer: 5 inches; epi-resistivity, $1\ \Omega\text{cm}$; Sb substrate resistivity, $10\text{m}\ \Omega\text{cm}$; orientation, $\langle 100 \rangle$; epi-thickness, 1.1, 2.7, $12\ \mu\text{m}$

2.2 Experiment procedure The sample was treated by the following procedure.

- (1) **p/p+ epiwafer** HF cleaning was followed by $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$ cleaning. The spin coat method was employed to perform the Mo quantitative contamination (the target value of surface concentration; $<10^{10}$, $\sim 10^{11}$, $\sim 10^{12}\text{cm}^{-3}$). In order to diffuse Mo and suppress surface recombination, oxidation with the following conditions was performed before the round-robin measurement. After the measurement, one wafer for each level was taken as a sample, the DLTS method was employed to measure Mo concentration in the epilayer near the surface. Oxidation (1000°C for 1hr in dry O_2 + 30min in N_2)

This oxidation was already tested as described in 00-KI-19. The resultant interface level density was $2 \times 10^{10}/\text{cm}^2 \cdot \text{eV}$.

- (2) **n/n+ epiwafer** The sample was subjected to oxidation with the same conditions as the above-mentioned p/p+ epiwafer. Then, the round-robin measurement was performed.

2.3 Measurement condition The measurement condition was established as follows.

- (1) **Measured-value** $1/e$ life-time (τ_e) and 1st mode lifetime (τ_1)
- (2) **Measurement position** Center point of two sample wafers for each level
- (3) **Number of times of measurement** Each organization measured the above-mentioned center points 9 times continuously.
- (4) **Injection photon density** level 1 ($2 \times 10^{13}\text{photons}/\text{cm}^2$)
level 2 ($2 \times 10^{14}\text{photons}/\text{cm}^2$)
- (5) **Number of times of averaging** 256, 512, 1024 (for each injection level)
- (6) **Wavelength of excitation light** 523nm
- (7) **Detection method** Differential μ -PCD method (frequency of microwave is 26GHz)

2.4 Measurement sequence The measurement sequence was as follows. In order to examine the secular change of measured values, the same measurement was repeated by Organization A after the round-robin measurement was completed.

Organization A \rightarrow Organization B \rightarrow Organization C \rightarrow Organization D \rightarrow Organization E \rightarrow

Organization F → Organization G → Organization A → Organization G (DLTS measurement)

In addition, each organization packed wafers into a bag of a synthetic film, and sent it to the next organization for measurement.

3. Participating organizations This round-robin measurement was joined by the following seven organizations.

Sumitomo Metal Industries, Ltd. (now, SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION); Toshiba ceramics Co., Ltd.; Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.; Kobelco Research Institute, Inc.; Wacker NSCE Corp.; Mitsubishi Materials Silicon Corp. (now, SUMITOMO MITSUBISHI SILICON CORPORATION); Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.

The p/p+ epiwafer was presented by Shin-Etsu Handotai Co., Ltd. The n/n+ epiwafer was presented by Komatsu Electronic Metals Co., Ltd. Moreover, the Mo quantitative contamination and oxidation treatment were performed by Sumitomo Metal Industries, Ltd. The Mo concentration in epilayer by the DLTS method was performed by Mitsubishi Materials Silicon Corp.

4. Result of round-robin measurement

4.1 Mo concentration of p/p+ epiwafer The DLTS method was used to measure the Mo concentration in the epilayer, and the result is shown in Annex Table 1.

Annex Table 1 Mo concentration of p/p+ epiwafer measured by the DLTS method

Epi-thickness (μm)	3	5	10
Low Mo concentration (cm^{-3})	$<1 \times 10^{11}$	$<1 \times 10^{11}$	$<1 \times 10^{11}$
Medium Mo concentration (cm^{-3})	1.6×10^{12}	1.5×10^{12}	1.6×10^{12}
High Mo concentration (cm^{-3})	5.0×10^{12}	8.6×10^{12}	1.1×10^{13}

The sample of low Mo concentration was not intentionally contaminated. The sample was below the lower limit of detection for each level. The sample of medium Mo concentration was found to be higher by one digit than expectation, being about $2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$. The sample of high Mo concentration had variation within the level, and the Mo concentration was found to be higher by a half or one digit than the sample of medium Mo concentration.

4.2 Reasonable measurement condition In order to grasp a reasonable measurement condition, Organizations A, B, C and D investigated the p/p+ wafer. They changed the kind of lifetime to be measured, injection carrier density and the number of times of averaging in order to find out which measurement condition can indicate the difference of Mo concentration more clearly.

Annex Fig. 1 shows the measurement made under the following conditions.

- Injection photon density: $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$
- Number of times of averaging: 256, 512, 1024
- Epi-thickness: (a) $3 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $10 \mu\text{m}$
- Participating organizations: Organizations A, B, C and D
- Kind of measured lifetime: $1/e$ lifetime

Two epiwafers were measured at one central point continuously 9 times each.

The black dot shows the average; the bar with larger number, maximum; and the bar with smaller number,

minimum. The larger the epi-thickness was, the clearer the difference between levels was. The epiwafers with thickness of $3\ \mu\text{m}$ and $5\ \mu\text{m}$ did not show a clear difference between levels at low and high Mo concentration.

Annex Fig. 2 shows the 1st mode lifetime that was measured under the same conditions as those for **Annex Fig. 1**. Again, the larger the epi-thickness was, the clearer the difference between levels was. Although this tendency was the same as the $1/e$ lifetime, the $5\ \mu\text{m}$ thick epiwafer showed a clear difference, even the $3\ \mu\text{m}$ thick epiwafer showed a clear difference between levels for low Mo concentration and medium Mo concentration. When the difference between the maximum and the minimum was considered, the difference was more noticeable when the number of times of averaging is 1024 and 512 or more for the $3\ \mu\text{m}$ thick and the $5\ \mu\text{m}$ thick epiwafers, respectively. Moreover, the $10\ \mu\text{m}$ thick epiwafer showed a clear difference when the number of times of averaging was 256 or more.

Annex Fig. 3 shows the $1/e$ lifetime measured on the same conditions as **Annex Fig. 1** and **Annex Fig. 2** except that the injection photon density is 2×10^{14} photons/cm². As a result that injection photon density increased by one digit, the measured values are shorter for all the levels, the Mo concentration difference between levels also became less clear. When epi-thickness was $10\ \mu\text{m}$ or less, the level difference was not clear between the low Mo concentration and the medium Mo concentration.

Annex Fig. 4 shows the 1st mode lifetime measured on the same conditions as **Annex Fig. 3**. When compared under the same injection photon density, the measured values became longer than the $1/e$ lifetime. When compared with the 1st mode lifetime where the injection photon density is smaller by one digit, the measured values became shorter. When epi-thickness was $5\ \mu\text{m}$ or less, the level difference was not clear between the low Mo concentration and the medium concentration.

The above-mentioned result shows the following. The clearest level difference of Mo concentration was indicated by the 1st mode lifetime and the injection photon density of 2×10^{13} photons/cm². Under this condition, the recommendable number of times of averaging was 1024, 512 and 256 or more for epi-thickness of less than $5\ \mu\text{m}$, less than $10\ \mu\text{m}$ and $10\ \mu\text{m}$ or more, respectively.

Under the same condition, the $1/e$ lifetime was shorter than the 1st mode lifetime. This is probably because of the fact that a higher concentration of excess carrier results in Auger recombination and that more carriers flow into the substrate beyond the potential barrier of epi/substrate interface. Under the same mode of lifetime, more injection photon density produced the shorter lifetime. This is also because of the above-mentioned reason. The $1/e$ lifetimes had smaller difference between the maximum and the minimum than the 1st mode lifetime had. The larger injection photon density had also smaller difference than the smaller injection photon density had. This is probably because of higher intensity of signals of the reflected microwave.

4.3 Variation of the measured values between the organizations

Annex Fig. 5 shows the following measurement. Three levels of Mo concentration in epilayers were addressed; the epi-thickness was $3\ \mu\text{m}$; the type of wafer was p/p+; the injection photon density was 2×10^{13} photons/cm²; the number of times of averaging was 1024; the organizations A, B, C, D, E, F and G measured (a) $1/e$ lifetime and (b) 1st mode lifetime. Two epiwafers were measured at one central point continuously 9 times each. The black dot shows the average; the bar with larger number, maximum; and the bar with smaller number, minimum. The standard deviation of average of each organization was divided by the average of average of each organization (average of average between each organization which measured two wafers 9 times each). The quotient was defined as CV in %. The CV of the $1/e$ lifetime was 6.7%, 4.7% and 7.9% for low, medium and high Mo concentration samples,

respectively. On the other hand, the CV of the 1st mode lifetimes was 12%, 9.2%, and 9.3%, respectively. Therefore, the 1st mode lifetime with low concentration of excess carriers had a larger variation than the $1/e$ lifetime had. However, the variation was about 10% or less in both kinds of lifetime, presenting no problems in both cases.

Annex Fig. 6 shows the following measurement. Three levels of Mo concentration in epilayers were addressed; the epi-thickness was $5\ \mu\text{m}$; the type of wafer was p/p+; the injection photon density was 2×10^{13} photons/cm²; the number of times of averaging was 512; all the seven organizations measured the 1st mode lifetime. The above-mentioned CV was 7.1%, 3.7% and 9.5% for low, medium and high Mo concentration samples, respectively.

Annex Fig. 7 shows the following measurement. Three levels of Mo concentration in epilayers were addressed; the epi-thickness was $10\ \mu\text{m}$; the type of wafer was p/p+; the injection photon density was 2×10^{13} photons/cm²; the number of times of averaging was 256; all the seven organizations measured the 1st mode lifetime. The above-mentioned CV was 4.8%, 5.3% and 4.6% for low, medium and high Mo concentration samples, respectively. This result suggests that, even for a small number of times of averaging, the thicker epilayer gives the smaller variation.

Annex Fig. 8 shows the following measurement. The epi-thickness was $1.1\ \mu\text{m}$, $2.7\ \mu\text{m}$ and $12\ \mu\text{m}$; the type of wafer was n/n+; the injection photon density was 2×10^{13} photons/cm²; the number of times of averaging was 1024, 1024 and 256, respectively; all the seven organizations measured the 1st mode lifetime. The above-mentioned CV was 8.8%, 4.4% and 4.5% for epi-thickness of $1.1\ \mu\text{m}$, $2.7\ \mu\text{m}$ and $12\ \mu\text{m}$. The level was satisfactory.

4.4 Secular change of the measured values

Annex Table 2 shows the following measurement. Three levels of Mo concentration in epilayers were addressed; the epi-thickness was $3\ \mu\text{m}$, $10\ \mu\text{m}$ and $15\ \mu\text{m}$; the type of wafer was p/p+; the injection photon density was 2×10^{13} photons/cm²; the number of times of averaging was 1024, 512 and 256, respectively; then, the type of wafer was changed to n/n+; the number of times of averaging was 1024, 1024 and 256, respectively; organization A made a measurement in March and October 2001. **Annex Table 2** shows the resultant 1st mode lifetime, the difference of its averaging and its ratio.

Annex Table 2 The 1st mode lifetime, the difference of its averaging and its ratio of the following measurement: various p/p+ and n/n+ epiwafers; measured by Organization A under appropriate measurement conditions; 7-month secular change indicated by measurements in Mar. and Oct. 2001

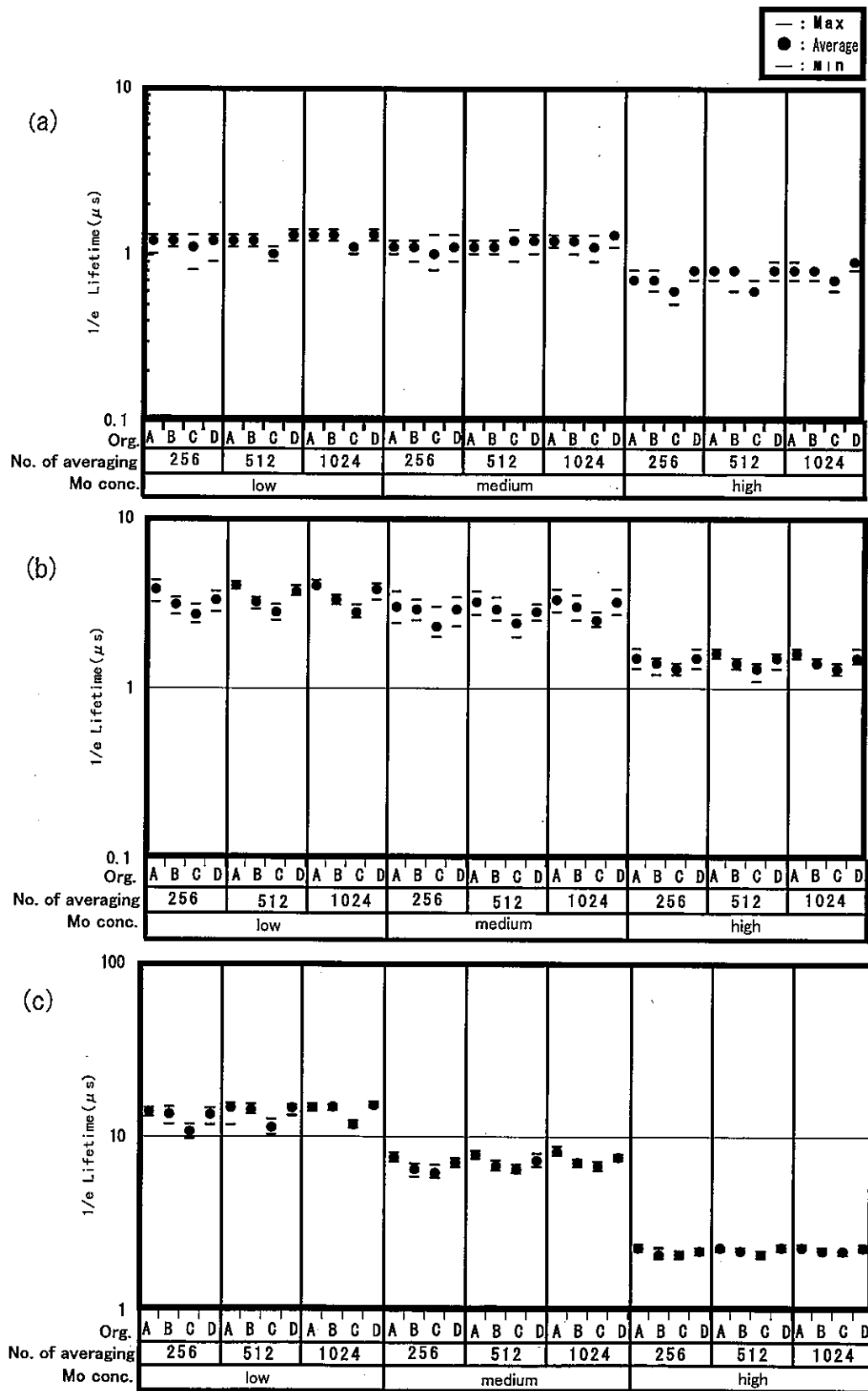
Type of Wafer	Epi-thickness/ Activated layer thickness (μ m)	Number of times of averaging (times)	Mo concentration	1st mode lifetime (μ s) measured in Mar. 2001			1st mode lifetime (μ s) measured in Oct. 2001			Difference of average (μ s)	Difference of average Ratio (%)
				Max.	Ave.	Min.	Max.	Ave.	Min.		
P/p+	3	1024	Low	4.02	3.60	2.88	3.83	3.34	2.98	-0.26	-7.2
			Medium	3.54	2.99	2.46	3.04	2.64	2.24	-0.35	-11.7
			High	1.65	1.44	1.25	1.67	1.43	1.23	-0.01	-0.7
	5	512	Low	9.80	8.54	6.84	8.90	8.24	7.52	-0.30	-3.5
			Medium	6.44	5.57	4.85	6.42	5.47	4.64	-0.10	-1.8
			High	2.50	2.11	1.65	2.45	2.11	1.80	0	0
	10	256	Low	19.7	18.2	15.8	20.1	18.2	16.6	0	0
			Medium	8.82	7.85	6.98	9.00	8.29	7.40	0.44	5.6
			High	2.58	2.32	2.07	2.54	2.35	2.12	0.03	1.3
N/n+	1.1	1024		0.50	0.39	0.30	0.49	0.38	0.31	-0.01	-2.6
	2.7	1024		1.45	1.26	1.10	1.43	1.25	1.08	-0.01	-0.8
	12	256		6.76	5.99	5.22	6.68	5.92	4.94	-0.07	-1.2

As shown in Annex Table 2, the ratio of difference of average was about 10% or less for the samples of all levels. The oxidation used in this experiment suppressed the surface recombination, resulting in the negligible secular change.

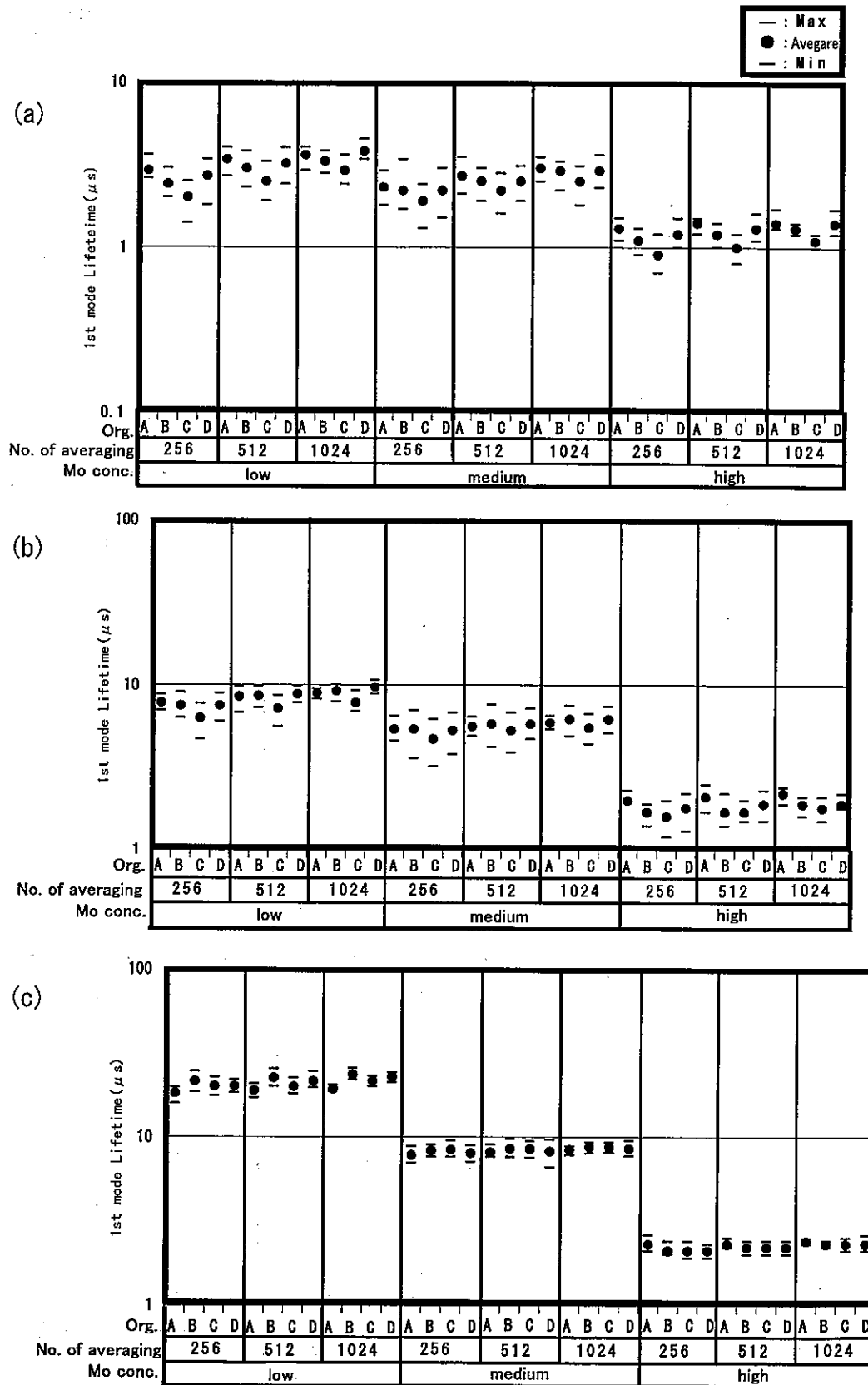
5. Conclusion The level difference of Mo concentration was most clearly shown in the 1st mode lifetime with the injection photon density of 2×10^{13} photons/cm². Under this condition, the recommendable number of times of averaging was 1024, 512 and 256 or more for epi-thickness of less than 5 μ m, less than 10 μ m and 10 μ m or more, respectively.

When the above-mentioned appropriate measurement was applied to both p/p+ and n/n+ epiwafers, the variation of average of each organization was about 10% or less for all the levels.

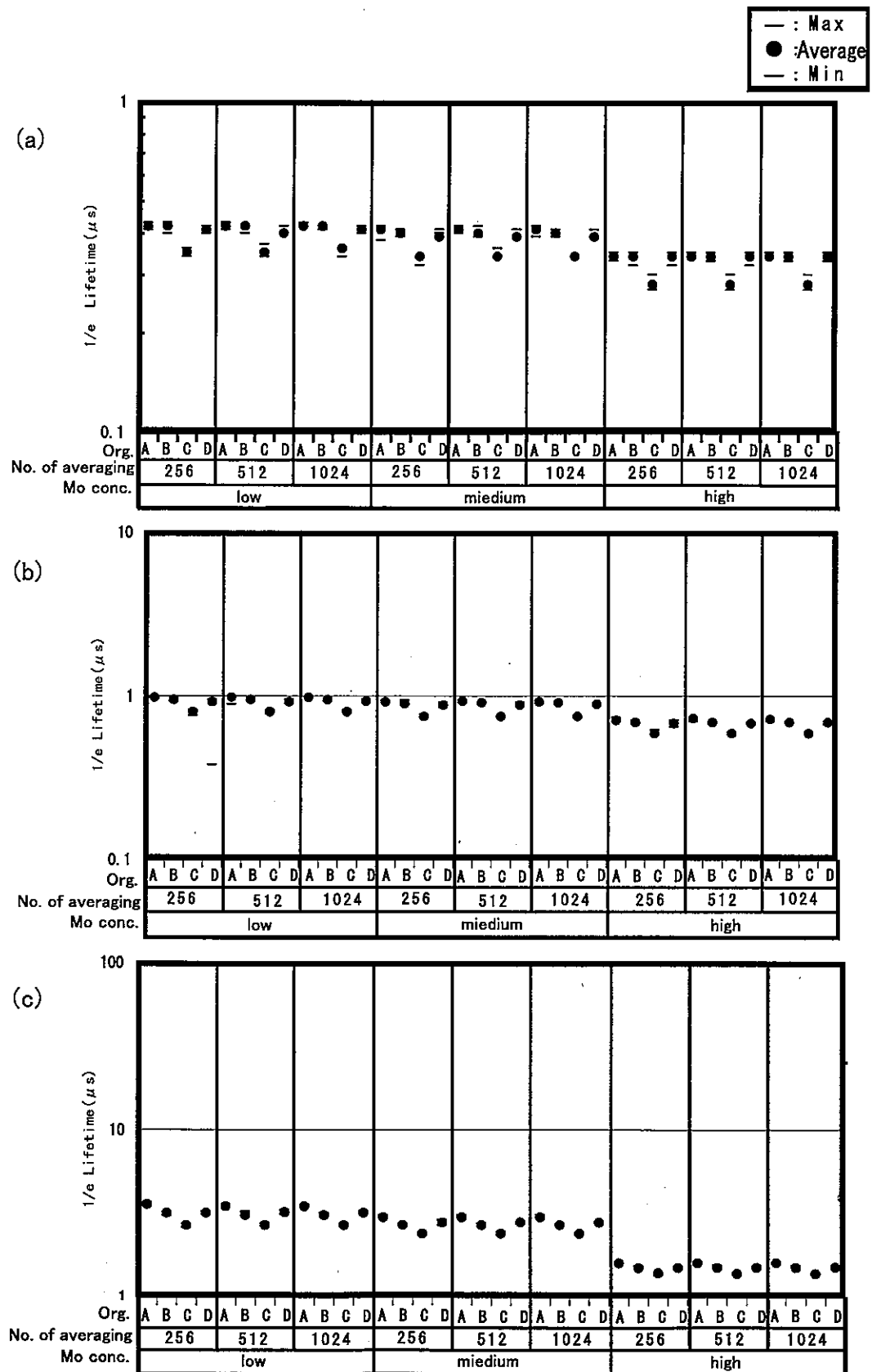
When the same organization applied the above-mentioned appropriate measurement condition, the ratio of secular change of about 7 months was about 10% or less.



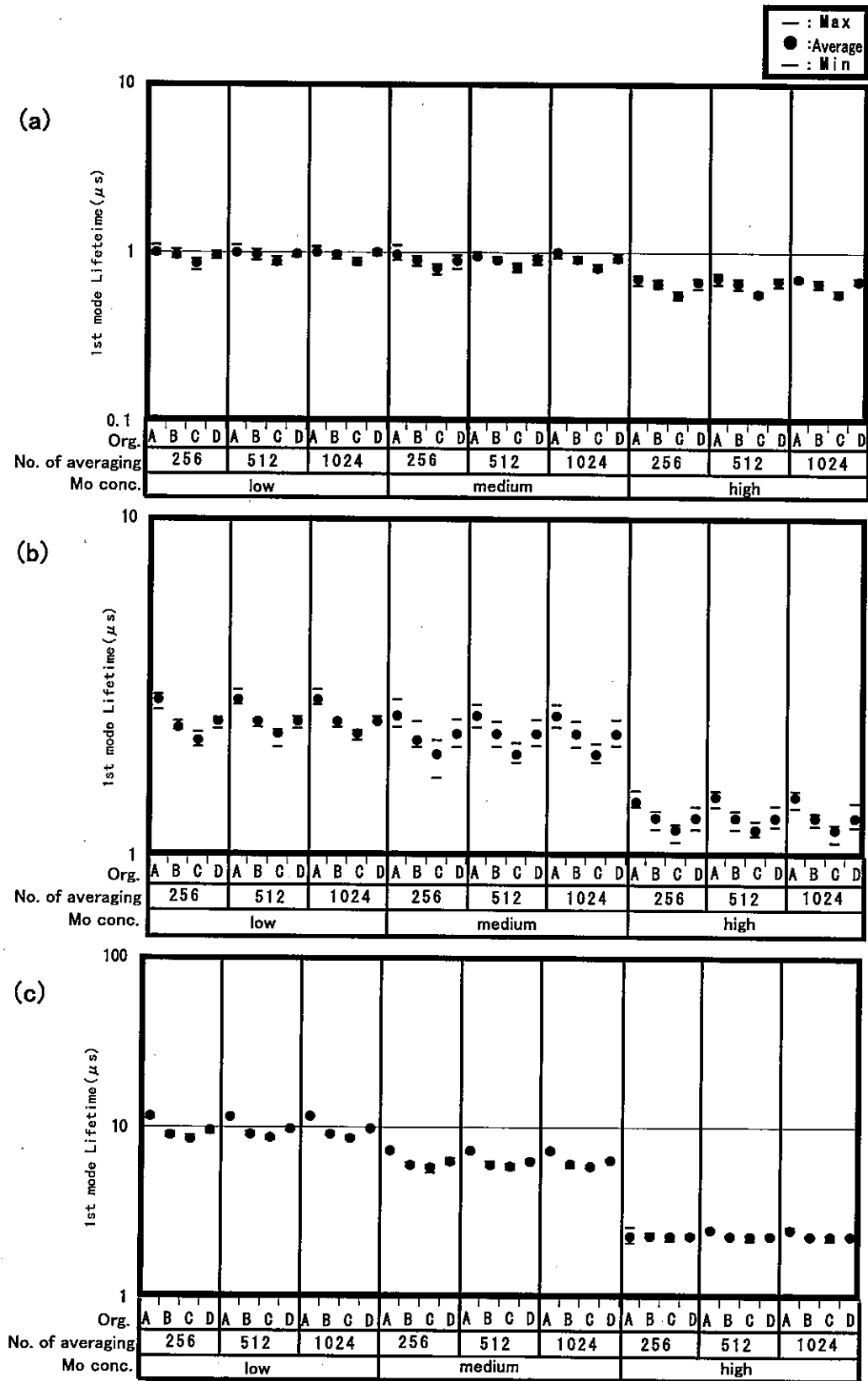
Annex Fig. 1 Epi-thickness, (a) 3, (b) 5, (c) 10 μm ; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, 2×10^{13} photons/cm²; Number of times of averaging, 256, 512, 1024; four organizations: 1/e lifetime



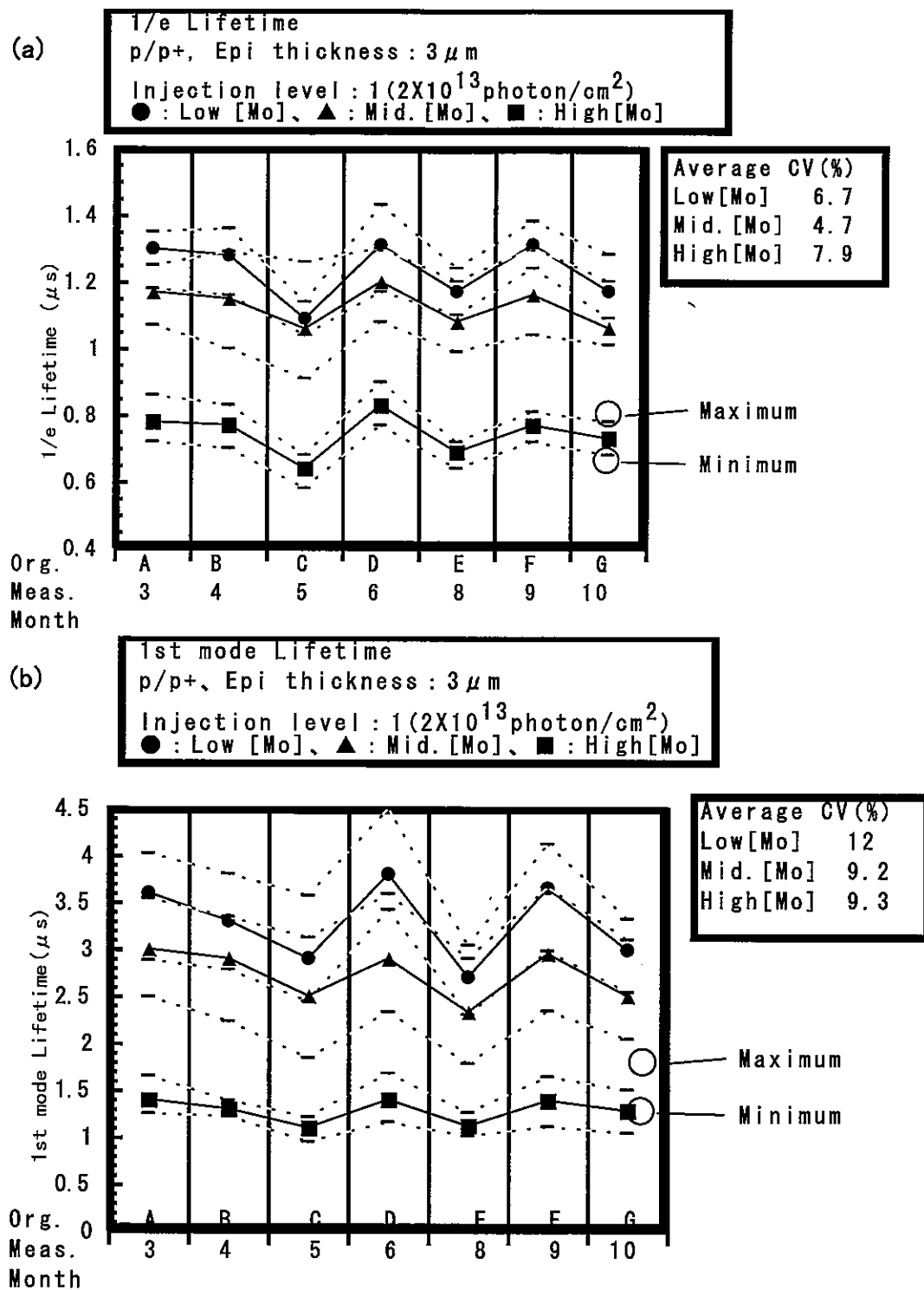
Annex Fig. 2 Epi-thickness, (a) 3, (b) 5, (c) 10 μm ; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, 2×10^{13} photons/cm²; Number of times of averaging, 256, 512, 1024; four organizations; 1st mode lifetime



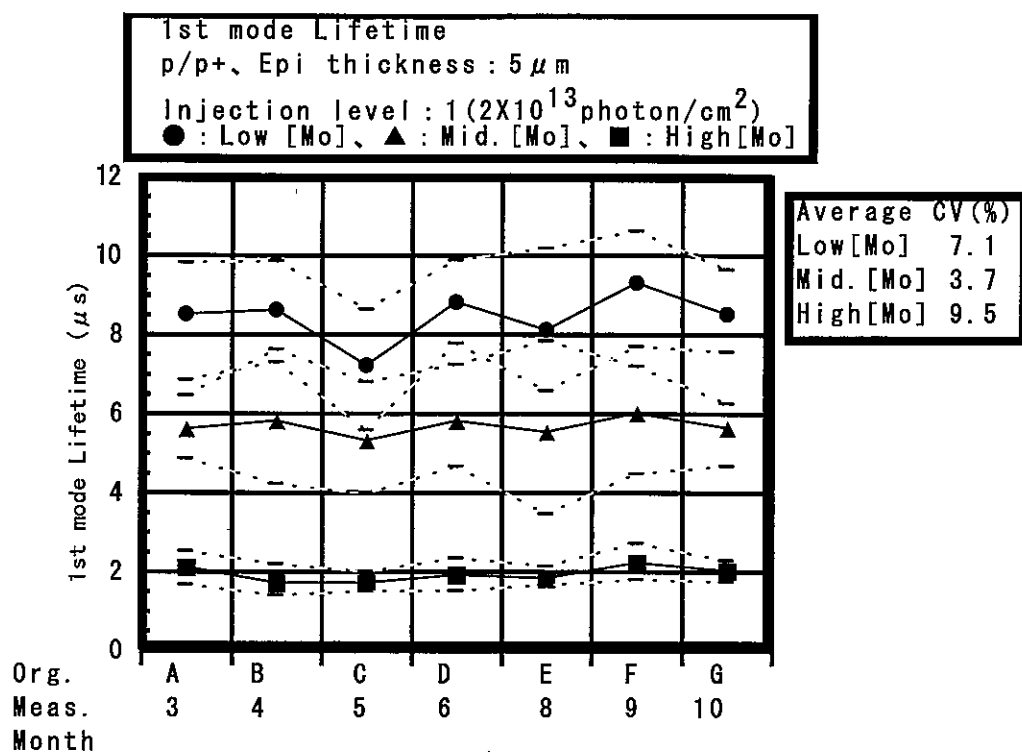
Annex Fig. 3 Epi-thickness, (a) 3, (b) 5, (c) 10 μm ; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, 2×10^{14} photons/cm²; Number of times of averaging, 256, 512, 1024; four organizations; 1/e lifetime



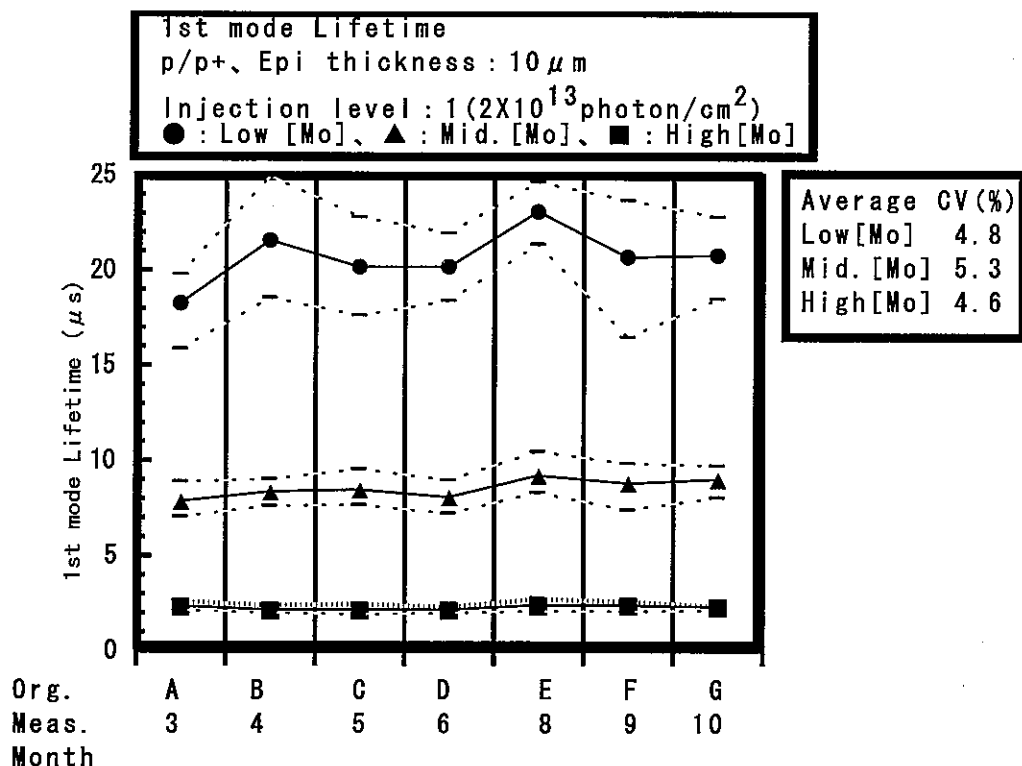
Annex Fig. 4 Epi-thickness, (a) 3, (b) 5, (c) 10 μm ; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, 2×10^{14} photons/cm²; Number of times of averaging, 256, 512, 1024; four organizations; 1st mode lifetime



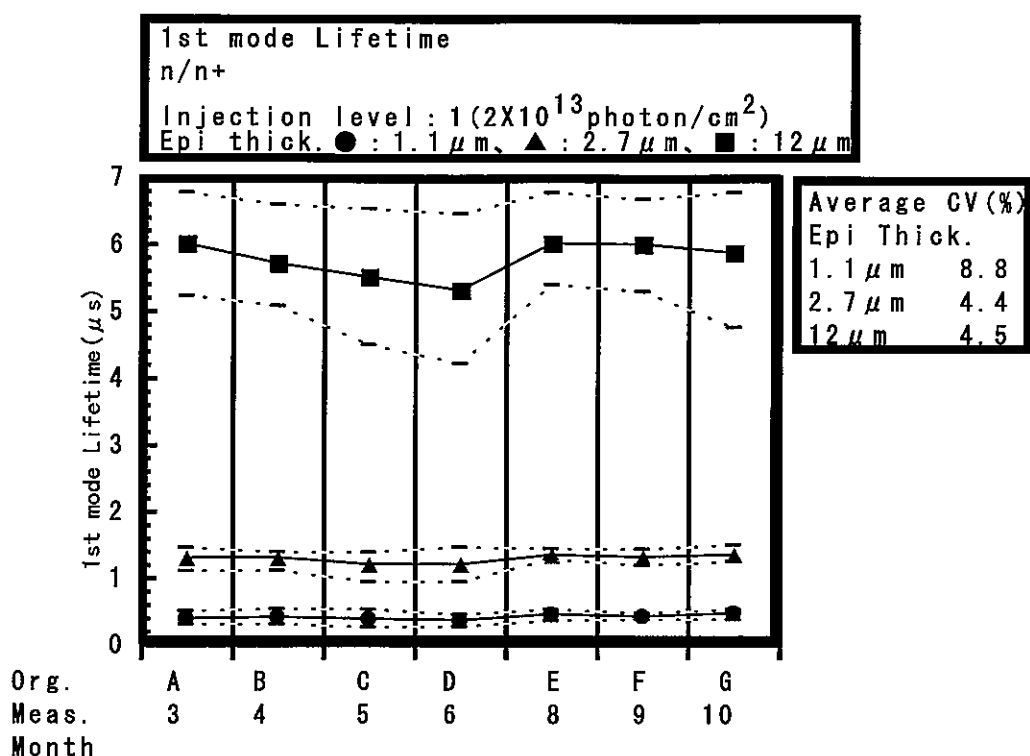
Annex Fig. 5 Epi-thickness, $3\mu\text{m}$; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$; Number of times of averaging, 1024; seven organizations; (a) 1/e lifetime, average, max. and min. (b) 1st mode lifetime, average, max. and min.



Annex Fig. 6 Epi-thickness, $5\mu\text{m}$; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$; Number of times of averaging, 512; seven organizations; 1st mode lifetime, average, max. and min.



Annex Fig. 7 Epi-thickness, $10\mu\text{m}$; Mo contaminated; p/p+ epiwafer; carrier injection, $2 \times 10^{13} \text{ photons/cm}^2$; Number of times of averaging, 256; seven organizations; 1st mode lifetime, average, max. and min.



Annex Fig. 8 Epi-thickness, 1.1 , 2.7 , $12 \mu\text{m}$; Mo contaminated; n/n+ epiwafer; carrier injection, 2×10^{13} photons/cm²; Number of times of averaging, 1024 for epi-thickness of 1.1 and $2.7 \mu\text{m}$, and 256 for epi-thickness of $12 \mu\text{m}$; seven organizations; 1st mode lifetime, average, max. and min.

Referenced Standards and Documents

- ASTM F 1535-94 Standard Test Method for Carrier Recombination Lifetime in Silicon Wafers by Noncontact Measurement of Photoconductivity Decay by Microwave Reflectance
- JIS C 6802-91 Safety of laser product
- JIS H 0604-95 Measuring of minority-carrier lifetime in silicon single crystal by photoconductive decay method
- JEIDA-53-1997 Test method for recombination lifetime in silicon wafers by measurement of photoconductivity decay by microwave reflectance
- 00-KI-19 Investigation research report of quality evaluation method for epilayer lifetime of epitaxial wafer

(社)電子情報技術産業協会が発行している規格類は、工業所有権（特許，実用新案など）に関する抵触の有無に関係なく制定されています。

(社)電子情報技術産業協会は、この規格類の内容に関する工業所有権に対して、一切の責任を負いません。

JEITA EM-3506

2003年4月発行

発行 (社)電子情報技術産業協会 標準・技術部
〒101-0062 東京都千代田区神田駿河台 3-11
TEL 03-3518-6434 FAX 03-3295-8727

印刷 (有)ウイード
〒162-0041 東京都新宿区早稲田鶴巻町 556
TEL 03-3513-5751 FAX 03-3513-5752

禁 無 断 転 載

〔 この規格類の全部又は一部を転載しようとする場合は、発行者の許可を得て下さい。 〕