

JEITA

電子情報技術産業協会規格

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3508

熱処理 CZ シリコンウェーハの内部微小
欠陥密度及び無欠陥層幅の計測方法

**Test Method for Bulk Micro Defect Density and
Denuded Zone Width in Annealed Silicon Wafers**

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。

2005年 7月制定

2016年 3月廃止

作 成

シリコン技術委員会
Silicon Technologies Committee

電子材料標準化委員会
Technical Standardization Committee on Electronic Materials

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

まえがき	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
2.1 選択エッチングに関わる標準	1
2.2 薬品に関わる標準	1
2.3 純水に関わる標準	2
2.4 レーザに関する標準	2
3 概要	2
4 用語及び定義	2
4.1 酸素析出物 (Oxide Precipitates)	2
4.2 内部微小欠陥 (Bulk micro defects: BMD)	2
4.3 積層欠陥 (Stacking Faults)	3
4.4 無欠陥層 (Denuded Zone: DZ)	3
4.5 顕微鏡の観察倍率	3
4.6 光散乱体 (Light scattering center)	3
5 測定	3
5.1 試料及び現像熱処理条件	3
5.2 観察試料の作成方法及び計測位置	4
5.3 選択エッチング法	4
5.4 90° 光散乱法	6
6 報告データ	9
附属書 (参考) 参考文献	10
解説	11

電子情報技術産業協会規格

熱処理 CZ シリコンウェーハの内部微小欠陥密度
及び無欠陥層幅の計測方法**Test Method for Bulk Micro Defect Density and
Denuded Zone Width in Annealed Silicon Wafers**

まえがき

この規格は、熱処理 CZ シリコンウェーハ中の BMD (Bulk Micro Defect) 密度及び無欠陥層 [DZ (Denuded Zone)] 幅を計測するためのものである。BMD 密度及び DZ 層幅を計測するための方法として、選択エッチング法による検査 (JIS H 0609) に基づく方法及び 90° 光散乱法を併記する。これらの方法は、2004 年 1 月から 12 月まで実施した国内 8 機関及び海外 2 機関でのラウンドロビン測定の結果並びにアンケート調査によって規定されたものである。

1 適用範囲

この規格は、シリコンウェーハに対して、任意の熱処理を加えた後に発生した BMD (主に酸素析出物) の密度及び DZ 幅の計測方法について規定する。本規格の計測適用範囲は、BMD 密度は $10^7/\text{cm}^3$ から $10^{10}/\text{cm}^3$ 、DZ 幅は 40 μm 以下である。熱処理を実施しても、これらの適用範囲外の数値であった場合又は熱処理しない場合でも、BMD 密度又は DZ 幅の計測は可能であるが、その計測精度を保証するものではない。

なお、この規格を用いる場合の安全についての責任は、使用者にある。

2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版 (追補を含む。) を適用する。

2.1 選択エッチングに関わる標準

JIS H 0609:1999	選択エッチング法によるシリコン結晶欠陥の検査方法
SEMI MF1725	Practice for Analysis of Crystal Perfection of Silicon Ingots
SEMI MF1726	Practice for Analysis of Crystal Perfection of Silicon Wafers
SEMI MF1727	Practice for Detection of Oxidation Induced Defects in Polished Silicon Wafers
SEMI MF1809	Guide for Selection and Use of Etching Solutions to Delineate Structural Defects in Silicon
SEMI MF1810	Test Method for Counting Preferentially Etched or Decorated Surface Defects in Silicon Wafers
DIN 50 434	Determination of the crystallographic perfection of monocrystalline silicon by preferential etch techniques on {111} and {100} surface.

2.2 薬品に関わる標準

JIS K 8819:1996	ふっ化水素酸 (試薬)
JIS K 8841:1994	硝酸 (試薬)

JIS K 8355:1994	酢酸 (試薬)
JIS K 8550:1994	硝酸銀 (試薬)
JIS K 1402:1992	三酸化クロム
JIS K 8517:1995	重クロム酸カリウム
SEMI C1-0200	Specifications for reagents.
SEMI C35-0699	Specifications and Guidelines for Nitric Acid
SEMI C18-0699	Specification for Acetic Acid

2.3 純水に関わる標準

ASTM D5127	Standard Guide for Pure Water Used in the Electronic and Semiconductor for Industry.
-------------------	--

2.4 レーザに関する標準

JIS C 6801:1988	レーザー安全用語
JIS C 6802:2005	レーザー製品の安全基準
JIS C 6180:1991	レーザー出力測定方法
JIS C 6182:1991	レーザービーム用光パワーメータ試験方法

3 概要

シリコンウェーハ中の結晶欠陥を計測する方法としては、現在、主に選択エッチング法及び90°光散乱法が採用されている。選択エッチング法は、古くから実施されている方法であり、シリコンウェーハの計測表面をエッチングすることで、熱処理によって発生した結晶欠陥をエッチピットとして顕在化させ、それを光学顕微鏡などによって観察、計測してきた。近年、シリコン中での透過率の高い近赤外線域のレーザー光をシリコン中に入射させ、欠陥からの散乱光を観察することによって欠陥分布を計測する方法も普及してきた〔附属書(参考)の参考文献1)参照〕。この規格では、従来からの方法である選択エッチング法及び新しい方法である90°光散乱法による酸素析出物並びに表面近傍の無欠陥層の計測方法について規定する。

4 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。酸素析出物及び内部微小結晶欠陥に関する定義は、**JIS H 0609**を用いる。

4.1

酸素析出物 (Oxide Precipitates)

CZ シリコン結晶中に不純物として含まれる格子間に存在する酸素原子が、結晶成長中の熱履歴やその後の熱処理によってシリコンと反応し、シリコン酸化物として析出したもので、内部微小欠陥の主体を成す。選択エッチングすることによって、光学顕微鏡でエッチピットとして、また、光散乱法では、散乱体として観察される。

4.2

内部微小欠陥 (Bulk micro defects: BMD)

ウェーハ内部の転位、積層欠陥、析出物などの微小欠陥。この微小欠陥は、{110}でへき開し、選択エッチングによって、へき開面上に総合倍率100倍以上の顕微鏡でエッチピットとして観察することができる。熱処理 CZ シリコンウェーハでは、大部分が酸素析出物である。

なお、Grown-in で存在するボイド欠陥は、本定義の対象としない。

4.3

積層欠陥 (Stacking Faults)

完全結晶では、原子面が周期的に積み重なっているが、この積重ねの規則性に狂いが生じた層状欠陥。シリコンウェーハの表面及び内部に存在する面状の格子欠陥（面欠陥）の一種。

4.4

無欠陥層 (Denuded Zone: DZ)

熱処理によって、シリコン中の格子間酸素が外方拡散され、表面近傍に低酸素濃度層を形成し、酸素析出物などの微小欠陥の発生が抑えられた層である。

なお、Grown-in で存在するボイド欠陥は、本定義の対象としない。

4.5

顕微鏡の観察倍率

4.5.1

接眼部での観察の場合

目視による顕微鏡の総合倍率 M は、対物レンズの倍率 M_o と接眼レンズの倍率 M_e を掛け合わせた値になる。すなわち、次の式で表される。観察では、レチクル面にスケールや観察枠を挿入し、計測領域を認識する。

$$M = M_o \times M_e$$

4.5.2

撮像素子を用いた場合

撮像素子を用いた顕微鏡の総合倍率 M は、対物レンズの倍率 M_o 及び撮影レンズの倍率 M_p を掛け合わせた値になる。すなわち、次の式で表される。ここでは、撮像素子サイズとモニターサイズの比であるモニタ倍率は含まないものとする。観察面積は、撮像素子の計測有効面積を上記総合倍率の二乗で割った値となる。

$$M = M_o \times M_p$$

4.6

光散乱体 (Light scattering center)

レーザ光を入射させたときに、光の散乱を生じさせる中心。シリコンウェーハ中の欠陥である異物及び歪んだ領域は、屈折率が変化しているため光を散乱するので、欠陥を光散乱体として検出することができる。

5 測定

シリコンウェーハ内における内部微小欠陥密度及び DZ 幅の計測方法は、次による。

5.1 試料及び現像熱処理条件

対象となる試料は、比抵抗率 $0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の鏡面仕上げの熱処理シリコンウェーハとする。対象となる試料中の欠陥が小さすぎるなどのために、そのままでは計測が困難な場合には、定められた熱処理を行う。熱処理の条件については、一義的に規定できず、シリコンウェーハの使用目的によって異なるため、当事者間の協議によって決めるものとする。現像熱処理の一例としては、 $780^\circ\text{C} \times 3 \text{ hrs in dry O}_2 + 1000^\circ\text{C} \times 16 \text{ hrs in dry O}_2$ が挙げられる。

5.2 観察試料の作成方法及び計測位置

シリコンウェーハを中央で{110}に沿ってへき開する。{110}面は、[110]のオリエンテーションフラット若しくはノッチに対して平行又は垂直であるので判断しやすい。選択エッチングにおいては、へき開によって、幅10mmから20mm程度の短冊状にし、顕微鏡下で観察しやすい形状に整える。90°光散乱においても、中央部でへき開し、半割り又は短冊状にする。作成した試料の観察面は、ごみ・汚れが付着しないように取り扱う。ごみ・汚れなどが付着した場合は、アルコールなどで計測面を拭き、ごみ・汚れを誤計測しない良好な表面状態で計測する。内部微小欠陥は、必ずしもシリコンウェーハの径方向で、均質に分布しているというわけではなく、熱処理条件によっても欠陥の動径分布が変化する。内部微小欠陥の径方向分布の計測位置に対する要求は、ウェーハ使用者の目的によって異なるといえる。それ故に、計測位置の詳細は、基本的に計測結果を利用する当事者間での協議によって決定した事項に従うものとする。その中で、例を挙げると図1に示すようにウェーハ径方向中央部、 $\frac{1}{2}R$ （半径の中央）、ウェーハエッジから10mmの位置の三点測定、中央部一点測定などである。

各計測位置において、BMD密度は、ウェーハ断面の厚さ中央部で計測し、DZ幅は表面近傍を観察・計測する。

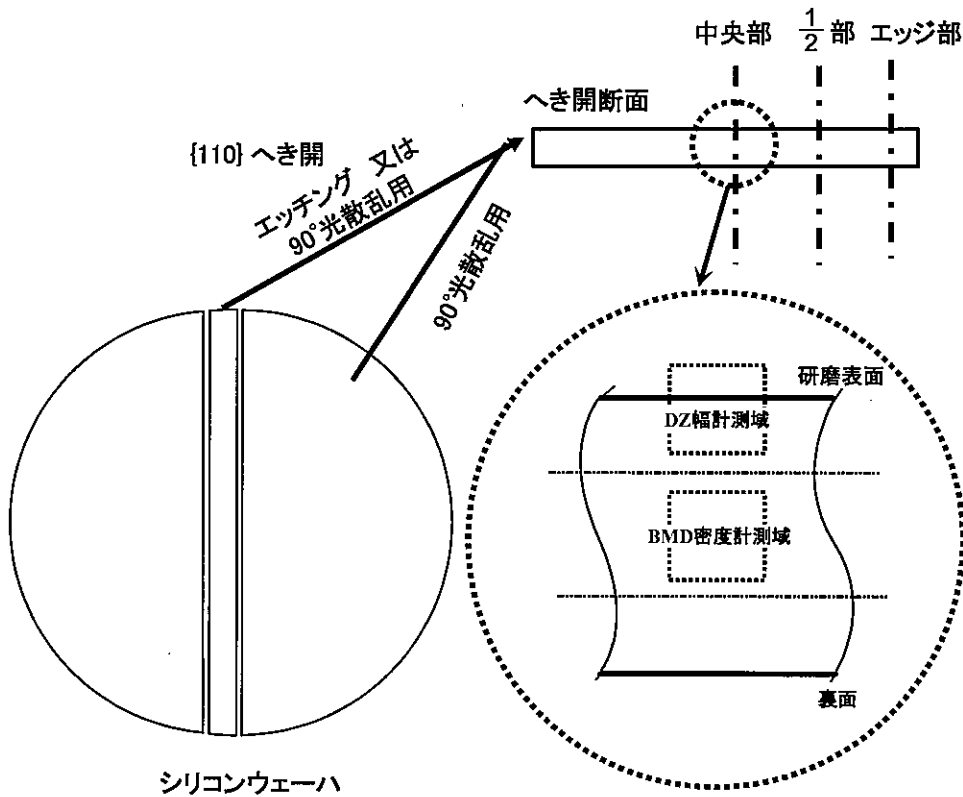


図1—計測場所の例

5.3 選択エッチング法

5.3.1 選択エッチング液に関する注意

選択エッチング液は、JIS H 0609, SEMI MF1809などに示されている液組成、運用方法を対象とする。参照標準以外のエッチング組成については、本計測効果を保証するものではない。また、エッチングによってシリコンウェーハの内部の欠陥を観察する場合、シリコンウェーハをへき開し、その後所定のエッチ

ング液を用い選択エッチングを行い、へき開された面を光学顕微鏡によって観察する。エッチング量は、 $1.5\ \mu\text{m}$ から $5.5\ \mu\text{m}$ とする。

5.3.2 BMD 密度の計測

BMD 密度の計測は、微分干渉法反射型光学顕微鏡によって計測する。目視観察の総合倍率は、100 倍から 500 倍が一般的である。しかし、欠陥密度が少ない場合は、更に低倍率で観察を行うか、又は観察視野を増し、観察する欠陥の総数を増やして統計誤差を減らす必要がある。欠陥の計測は、映像を記録化して、その映像記録から判定する方法、又は観察しながら目視で計測する方法がある（写真 1 に BMD 観察例を示す。）。このうちのどちらの方法を用いてもよい。自動計測器（例えば、光学顕微鏡に CCD カメラを付加した装置）によって計測する場合は、その装置の仕様に合わせた条件で計測する。計測された欠陥個数を観察視野で割り、面密度又は体積密度（面積密度をエッチング深さで割る）に換算し箇条 6 に従って記録し報告する。熱処理による BMD の密度は、一般的に、ウェーハ深さ方向分布をもっている（写真 2）。表面近傍の BMD 密度は、低密度であるが、深くなるに従って密度が増加し、ある程度の深さになると密度の増加が停止し一定又は減少する。エッチング計測において、BMD 密度の計測は、ウェーハ深さ中央部で行っているが、ウェーハ深さが浅いところであっても、深さに対する BMD 密度の増加が停止し、深さ中央部での密度と同一であることを確認できれば、その深さでの計測を、ウェーハ深さ中央部の BMD 密度として取り扱うことができる。

5.3.3 DZ 幅の計測

DZ 幅の計測において、顕微鏡による目視観察における総合倍率は、100 倍から 500 倍が一般的であるが、欠陥密度が少ない場合は、更に低倍率で観察を行うか、又は観察視野を広げて、統計誤差を減らす必要がある（写真 2 に DZ の計測例を示す。）。DZ 幅の本来の意味は、図 2 に示すように、表面に最も近い欠陥までの深さである。しかし、DZ 幅の計測は、当事者間での協議により決められた項目に従う場合がある。DZ 幅の決定方法の一例としては、“シリコン表面から 3 個目の欠陥までの距離を取り DZ 幅とする”がある。1 個目や 2 個目の欠陥を対象とすると再現性が無いことが多い。そのため、従来から 3 個目の欠陥までの深さを取ることが経験的に良いとされており、この規格においてもこれを推奨する。

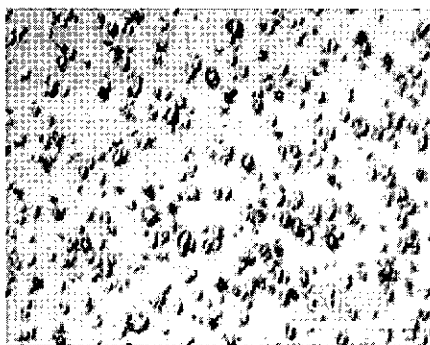


写真 1—BMD の代表的な観察例

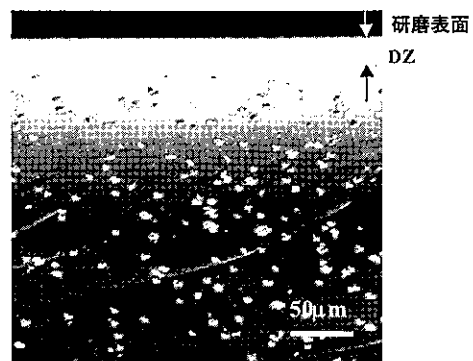
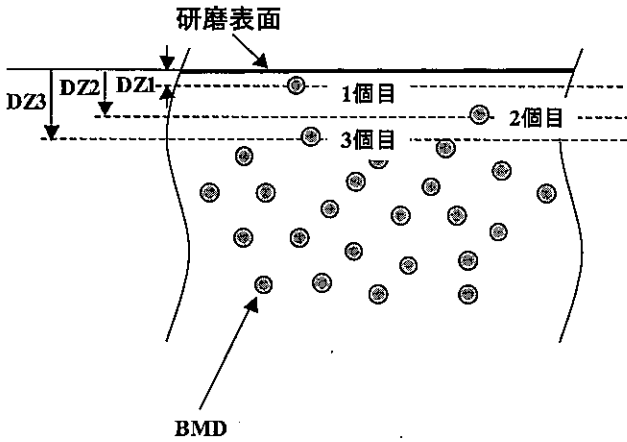


写真 2—DZ の代表的な観察例

この他にも、表面から 1 個目又は 2 個目を採用する方法若しくは 1 個目から 3 個目までの平均を求める方法もある。自動計測装置（光学顕微鏡に CCD を付加した装置）によって計測する場合も、基本的には目視観察に準じるものとする。計測された結果は、箇条 6 に従って報告される。



DZ 幅の計測方法の実施例詳細について

- ① DZ1:研磨表面から 1 個目の BMD の位置。
- ② DZ2:研磨表面から 2 個目の BMD の位置。
- ③ DZ3:研磨表面から 3 個目の BMD の位置。
- ④ DZ1, DZ2 及び DZ3 の平均値。
- ⑤ その他, 協議によって決定する。

図 2—DZ 幅計測例について

5.4 90° 光散乱法

光散乱による欠陥の評価法には様々な方法がある。この規格では、本計測目的に適して、現在最も広く用いられている 90° 光散乱法を採用する。本計測方法は、5.4.1 の原理によって計測される系を指すものである。ここに示す原理以外の計測方法においては、その効果を保証するものではない。また、後述の注意点を怠った場合も同様である。

5.4.1 90° 光散乱法の測定原理

90° 光散乱法 (Laser scattering tomography) は、光散乱を用いた欠陥の観察法の一つである。例として、図 3 に基本的な装置の概念図を示す。光源として、近赤外の例えば出力 1 mW から 2 000 mW、波長 1.064 μm の YAG レーザを使用し、集光レンズを用いて約 5 μm φ に結晶内でレーザービームを集束するように入射する。シリコン結晶内では、屈折率は 3.5 と高いため、約 5 μm φ とほぼ細く絞られた断面積のまま進み、欠陥部で散乱が生じる。これを、90° 方向から総合倍率 50 倍から 100 倍の顕微鏡を通して結像し、近赤外に感度のあるテレビカメラで観察する。試料を少しずつ走査し、散乱像をずらして重ね合わせて写真 3 のような断層像 (tomogram) を得る。ビームは試料端に近いところに入射するのが望ましいが、試料エッジでの散乱が生じない 40 μm 位のところに入射する。観察配置としては、図 3 のように研磨表面から入射し、へき開面から観察する場合及びその逆が考えられる。研磨表面から入射する場合には、欠陥のシリコンウェーハ面内又は深さ分布を得るのに都合がよい。また、その逆にへき開面から入射する場合には、研磨表面から 10 μm 程度下までの表面近傍欠陥を観察するのに都合がよい。

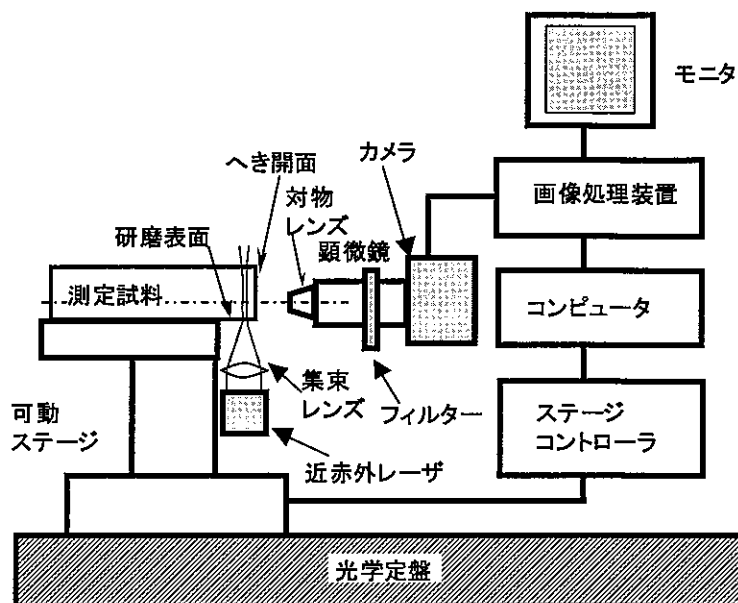


図3—近赤外レーザを用いた90°光散乱法の装置一例の模式図
ウェーハの面内像及び断面像が観察可能

5.4.2 90°散乱法の注意点

- a) 90°光散乱法における試料ではへき開面を使用することから、断面のエッジの欠け又は断面及び表面に付着した汚れ又はごみが計測感度に影響を与えるため、最適な感度を得るには、試料作成に際して注意をしなければならない。また、所定の基準となる微小欠陥を含む基準ウェーハを用いて、適宜計測感度をモニタし、安定化させることが望ましい。
- b) 光散乱強度は、観察波長に比べて十分小さい微小欠陥の場合、欠陥サイズの6乗に比例することから、装置の校正目的のために基準ウェーハ、例えば欠陥密度又は欠陥サイズを変えたウェーハを数水準用意しておくことが望ましい。散乱体の観察は、入射光量、受光側のNDフィルタ又はテレビカメラの読取速度若しくは増幅率などで感度を調節することによって、欠陥サイズに対してのダイナミックレンジを大きく得られるようにする。
- c) 観察対象欠陥としては、すべての欠陥について光散乱は生じるが、欠陥形状の異方性によって、90°観察配置では観察されないか又は極端に散乱強度が弱くなる場合がある。欠陥形状の異方性については、**附属書(参考)の参考文献2)及び3)参照**。
- d) 観察対象欠陥が同じ体積であっても欠陥の屈折率、欠陥周囲の歪量によって散乱強度が異なることから、光散乱強度から欠陥のサイズを議論するには、これらの点を考慮する必要がある。しかし、欠陥形状が同じ場合には、散乱強度とサイズとの相関を求めることは容易である。
- e) 基準ウェーハは、装置メーカーと使用ユーザーの間で保有し、装置間の偏差を最小にするように装置を製造、保守していくことが望ましい。
- f) 本計測装置は、観察した試料に付着した塵によって、レーザ光が散乱し、測定精度を低下させる可能性があるため、クラス10000以上のクリーン環境に設置するとともに、微弱なBMDからの散乱光を観察するために除振対策を施すことを推奨する。

5.4.3 レーザの取扱い及び安全上の注意

- a) レーザを使用していると、経時変化によってその特性が変化することがある。特に、レーザのパワー

変化が生じる場合があり、校正されたパワーメータによって補正する必要がある。

- b) 90° 光散乱法の計測に使用している波長のレーザを、連続発振形態、出力が 500mW 以上で使用すると、クラス 4 に属する装置になる。そこで、計測装置を安全に取り扱うためには、レーザ光、反射光及び散乱光が装置外へ全く漏れない構造とし、クラス 1 としなければならない。また、保守点検作業者は保護用ゴーグルを装着して、保守点検を実施する必要がある。作業中は、装置設置管理区域内に保守点検者以外が立ち入らないようにするか又は立ち入った場合にはレーザ光を遮断する機能を備えていなければならない。
- c) 本計測装置の運用に際しては、一般使用者がレーザを発振させるときは、機器管理者の指導に従って使用しなければならない。また、機器管理者は使用者に対して、レーザに関する安全教育を実施する必要がある。

5.4.4 BMD 密度の計測

BMD 密度の計測に関しては、基本的には選択エッチング法と同様であり、5.3.2 に準じるものとする。90° 光散乱法を用いて BMD 密度の計測を行う場合、通常観察倍率として 50 倍から 100 倍の倍率で観察するのが一般的である。しかし、場合によっては使用倍率を変えることがある。観察した BMD の個数を、レーザビームで照射した体積（観察視野×レーザビーム径）で割り算することによって、体積密度に換算する。

なお、90° 光散乱法では、欠陥の自動計測が可能なことから、表面から内部への BMD 密度分布を計測することができる。50 倍の観察倍率で得られた、ウェーハ内断面の 90° 光散乱像を写真 3 に示す。個々の BMD は光学的分解能より小さく、1つの点像として観察されるので、図 4 に示すように欠陥位置を求める。この欠陥位置情報からは、ビーム径幅を厚さとする観察視野に存在する欠陥の面積密度分布を得る。観察に用いたレーザビーム径で面積密度を割り算することによって、図 5 に示すように、体積密度分布を得ることができる。図 5 のように、熱処理ウェーハでの分布計測から、BMD 密度が飽和一定となっている値を、ウェーハの深さ中央部で計測する BMD 密度の代替とすることができる。図 5 では、 $1.3 \times 10^9 \text{cm}^{-3}$ と評価することができる。低密度ウェーハの場合、計測精度を得るために、レーザ走査位置を観察の奥行きにずらす 3D 計測を行い、観察体積を大きくするか又は観察面積を広くし、十分な欠陥数を観察する必要がある。一方、高密度ウェーハの場合は重なり合った欠陥像を分離する必要がある。

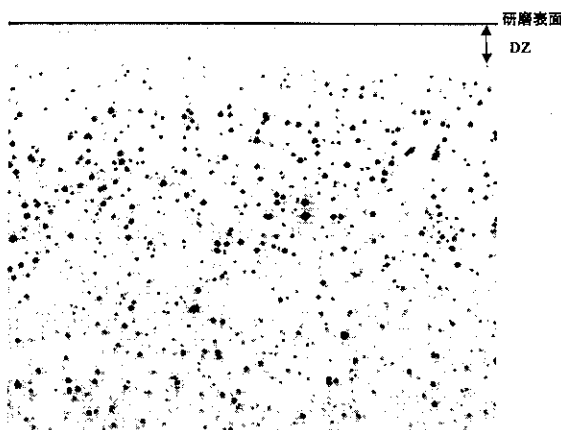


写真 3—90° 光散乱法による BMD の観察例

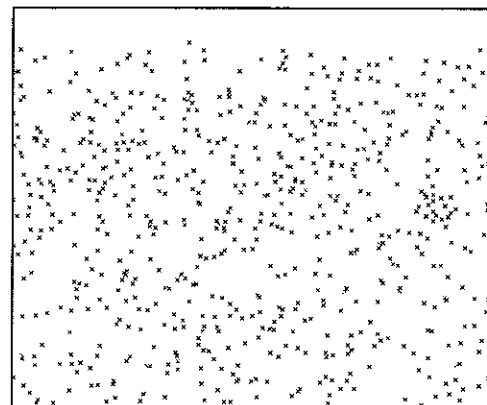


図 4—写真 3 の光散乱像から得られる欠陥位置
260×310 (幅) μm

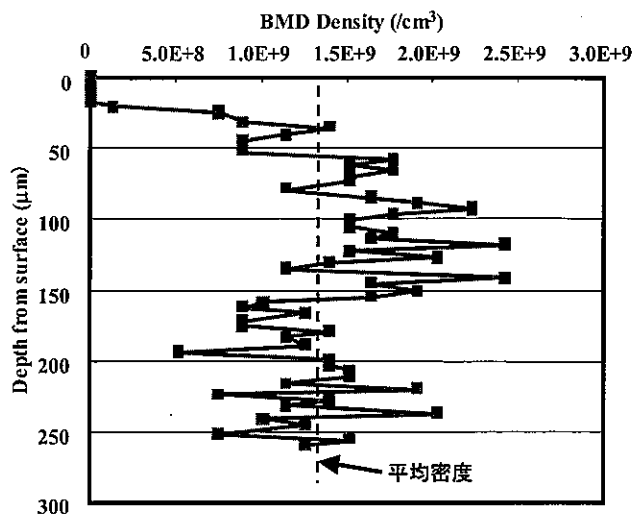


図5—図4のBMD位置から得られる密度の深さ分布

5.4.5 DZ幅の計測

DZ幅の計測方法は、基本的には選択エッチング法と同じであり、5.3.3に準じるものとする。90°光散乱法を用いてDZ幅の計測を行う場合、通常観察倍率として50倍から100倍の倍率で観察するのが一般的である。しかし、場合によっては使用倍率を変えることがある。

6 報告データ

次の情報を報告する。

- a) 測定方法，測定装置，測定者及び測定日付
- b) 選択エッチング液種類及びエッチング量（選択エッチング法を実施した場合）
- c) 試料種類（素性）
- d) 測定位置
- e) 使用倍率
- f) 測定結果（BMD面密度又は体積密度，DZ幅及びDZ幅計測方法）

なお、これらの情報の開示は、当事者同士の協議によって決定される。

附属書
(参考)
参考文献

序文

この附属書は、参考文献について記載するものであって、規定の一部ではない。

- 1) K.Moriya, K.Hirai, K.Kashima and S.Takasu, J.Appl.Phys., **66**, 5267 (1989)
- 2) K.Moriya and T.Ogawa, Phil. Mag. A44 (1981) p. 1085.
- 3) K.Moriya, Phil. Mag. B64 (1991) p. 425-445

熱処理 CZ シリコンウェーハの内部微小欠陥密度 及び無欠陥層幅の計測方法の解説

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

半導体デバイス基板としての単結晶シリコンは、少なからず微小な grown-in 結晶欠陥を含んでいるものである。これらの欠陥は、半導体デバイスを動作させる時の障害になる、又は長い半導体デバイス熱プロセスにおいて不純物を捕獲する性質を持っていることがよく知られている¹⁾。このため、シリコン基板中における微小な欠陥を評価し、特性をあらかじめ把握しておくことは、利用する側にとっては重要な情報となる。これらの欠陥の評価は、古くから選択エッチング法^{2)~8)}による方法がとられてきた。このような評価方法で主に議論されるのが、シリコン基板中の酸素析出物である。これは、CZ 法によるシリコン基板中に酸素不純物が多く存在し、長い熱プロセスを通してそれらの酸素不純物が基板中に析出するためである。こうした酸素析出物を 90° 光散乱法で観察する方法がシリコンに利用されはじめたのが約 15 年前である。この方法は、赤外線を利用するので、赤外線トモグラフィ¹⁰⁾と呼ばれ、現在ではよく用いられるようになった方法である。このほかにも、光透過法、斜入射法が存在する。光を利用した欠陥観察（計測）法は、現在まで標準は存在していない。今回は、アニールウェーハについての SEMI 標準を制定する上で、シリコン基板中の内部微小欠陥（Bulk Micro Defects: BMD）の測定標準（密度と無欠陥層幅について）を作る必要があり、掲題に関する標準化の活動をスタートした。標準を制定するに当たり、選択エッチング法を用いた方法と、90° 光散乱法を用いた方法の二種類を検討し、その測定方法、注意点を記述することにした。選択エッチング法には、多くの選択液が存在し、その用途と歴史的背景によって多くの研究や製造の現場で使われてきた。一番多く利用されているのは有害な六価クロムを含むライト液⁴⁾である。日本においても、エッチング液の標準が存在しており、1996 年に非クロム液が標準化⁹⁾されるまで、クロム系のエッチング液が標準として定められていた。1996 年以降は、JIS 標準として非クロム系のエッチング液が標準化され、現在まで運用されているのが現状である。選択エッチング法については、すでにエッチング液に関する標準が発行されているが、測定方法に関しては規定としての記述が不十分であり、新たに制定する必要があると判断した。そして、90° 光散乱法についても併記すべきであると考えた。

2 制定の経過

独立行政法人 日本学術振興会 結晶加工と評価技術第 145 委員会（以下、学振 145 委員会という。）、社団法人 電子情報技術産業協会（以下、JEITA という。）及び Semiconductor Equipment and Materials Institute Japan Site（以下、SEMI Japan という。）の三者の間で、BMD 密度及び DZ 幅計測における標準の必要性を協議した。この規格の必要性を認め、JEITA にて標準化すると合意に達したことを受け、2003 年 8 月に標準化作業が開始された。学振 145 委員会では、先行して光散乱法の標準化検討を開始していたが、2004 年 4 月より正式に「光散乱欠陥評価法の標準化」F 分科会を発足させた。JEITA では、2003 年 10 月から微小欠陥評価標準化 WG を発足させ標準化に着手した。参加メンバーは、JEITA から 6 名（会員企業より公募

という形で選出), 標準作成の効率化を測るため学振 145 委員会の 2 名を加えた計 8 名である。活動内容は, 3 団体 (JEITA, SEMI Japan, 学振 145 委員会) 合同のミーティングという形で学術的検討を行い, JEITA にて実務的な作業を行った。まず, JEITA における標準作成の方針を決めるために, 参加団体及び協力して頂ける企業にアンケートを依頼し, 使用している機器, 方式及び使用状況を調査した。アンケートは, 異業種から成る JEITA シリコン技術委員会及びシリコン測定専門委員会の会員である 22 機関に依頼した。アンケート調査の結果を, 簡単に述べることにする。アンケートは, 選択エッチング法と光散乱法の二種類について実施した。選択エッチング液については, JIS の非クロム液, ライト液及び Modified-Dash 液が用いられており, エッチングオフ量も 2 μm から 5 μm 程度であった。BMD 計測はほとんどの機関で光学顕微鏡が使用されており, 一部顕微鏡を用いた自動計測装置を利用していた。光散乱法においては, 回答のあった団体すべてが, 90° 光散乱法¹⁾を使用していることが分かった。透過方式の装置も存在するが, 装置自体の流通が行われていないことから, 標準化の対象からは外すことにした。これによって, 測定条件を決定しラウンドロビン測定を実施した。

3 工業所有権に関する取扱い

この規格に関して, 三井金属鉱業株式会社が特許 (出願中のものを含む) を保有しており, 本特許の使用希望者に対して以下のような条件での実施を許諾する旨の意思表示がなされている。有償許諾の場合のライセンス交渉は, 使用希望者ごとに権利保有者で行うこと。

権利保有者	名称	工業所有権等の番号	使用許諾等の条件	特記事項
三井金属鉱業株式会社	欠陥分布測定方法及び装置	第 2604607 号	合理的かつ非差別的な条件で当該工業所有権等の実施を許諾する	
三井金属鉱業株式会社	粒子または欠陥の大きさ情報の測定方法及び装置	第 2722362 号	合理的かつ非差別的な条件で当該工業所有権等の実施を許諾する	
三井金属鉱業株式会社	結晶欠陥観察装置および方法	第 2920056 号	合理的かつ非差別的な条件で当該工業所有権等の実施を許諾する	

なお上記以外に工業所有権等がないことを保障しているものではない。また JEITA は本規格の内容に関する工業所有権等に対して, 一切責任を負わない。

4 選択エッチング法及び 90° 光散乱法

この規格作成において, 欠陥を観察するための多くの方法の中から, 二つの方法に注目し進めた。ここでは, これらの方法について簡単にまとめておくことにする。シリコン単結晶で用いられる選択エッチング液の種類については, すべてではないがまとめてみると解説表 1 のようなものがある。

解説表 1—選択エッチング液の種類の一覧

種類	組成	エッチングプレート ($\mu\text{m}/\text{分}$)	適応欠陥種
Sirtl ²⁾	HF(49%):CrO ₃ (5M) =1:1	~1	OSF・転位
Secco ³⁾	HF(49%):K ₂ Cr ₂ O ₇ (0.15M) =2:1	~1.5	OSF
Wright ⁴⁾	HF(49%):HNO ₃ (70%):CrO ₃ (5M):Cu (NO ₃) ₂ :H ₂ O: CH ₃ COOH = 60ml:30ml:30ml:2g:60ml:60ml	~1	OSF・BMD・ 転位
Dash ⁵⁾	HF(49%):HNO ₃ (70%):CH ₃ COOH (99.9%) =1:3:12	~0.03	OSF
Schimmel ⁶⁾	HF(49%):CrO ₃ (1M) =2:1	~1.75	転位
Yang ⁷⁾	HF(49%):CrO ₃ (1.5M) =1:1 ⇒Y3 液	~1.5	BMD
Sato ⁸⁾⁹⁾	HF(49%):HNO ₃ (70%):CH ₃ COOH :H ₂ O=1:12.7:3:3.7 ⇒JIS “A”液	~1.8	OSF・BMD
M-Dash ⁹⁾	HF(49%):HNO ₃ :H ₂ O:AgNO ₃ =1:2.5:10.5:0.005mol/l ⇒JIS “E”液	1.4~3.3	OSF・BMD

このようなエッチング液は通常観察する欠陥種によって使い分けられる。例えば、結晶引き上げ時に発生するような大規模な転位を観察するのは、Sirtl 液等を用い、非常に小さい欠陥などは Dash 液のようなエッチング液の遅い液を使用する。すべての欠陥に対して万能である Wright 液は、使用率が高い。観察したい欠陥に対して適切な液を選択することが大切となっている。次に、光散乱法の種類について解説表 2 に示す。光散乱法による欠陥観察法としては、パーティクル測定等の表面異物検査を含めると、90° 光散乱法、斜入射散乱法、二重暗視野法垂直観察法などがある。90° 光散乱法については、**本体 5.4** を参照して頂きたい。斜め入射光散乱法は、レーザを結晶表面に斜めから集光して入射し、内部の欠陥からの散乱光を同じ表面側から観察する方法である。DZ 領域内の欠陥の有無を観察・計測することはできるが、内部の高密度欠陥層の欠陥密度を計測することは難しい。共焦点タイプの背面散乱法は、顕微鏡の照明光としてレーザを用いて、微小領域を照射する。照射領域内の欠陥による散乱光を、共焦点光学系で三次元的分解能を上げることによって、特定の部位の微小欠陥だけを観察することが可能である。さらに、結晶又はレーザ光を二次元的に走査することによって、欠陥断面像を得ることができる。透過型微分干渉観察法は、上記と同じように、微分干渉顕微鏡の照明光としてレーザを用いて、微小領域を照明する。微分干渉にて二つの方向に僅かに変位し偏光した透過光を、別々の受光素子で電気信号に変換し、差分を取ることによって、欠陥部でのわずかな信号の変化を検出する。結晶又はレーザ光を二次元的に走査することによって、内部の欠陥断面像を得ることができる。

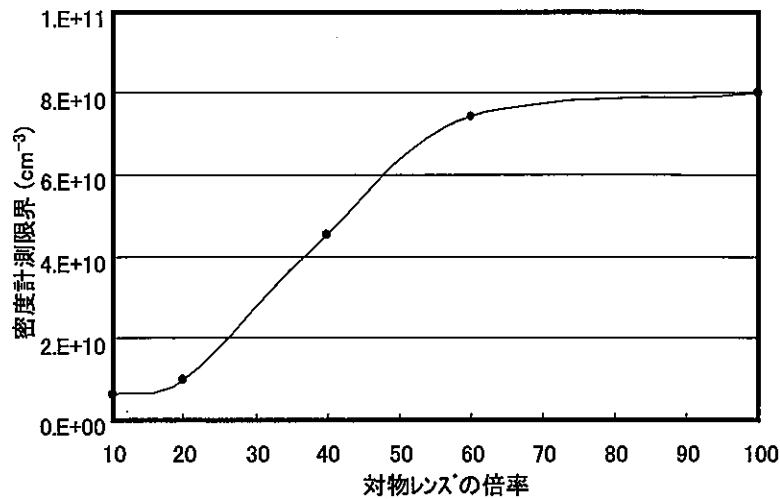
解説表 2—光散乱法による欠陥観察方法の一覧

分類	機種及び機能		
	メーカ	機種名	機能概略
90° 散乱法	三井金属	MO-411	レーザを細く絞り結晶の微小領域内に入射し掃引し内部の断層散乱像を得る。検出密度： $10^4\text{cm}^{-3}\sim 10^{10}\text{cm}^{-3}$ 。それを画像処理し密度計測，サイズ評価をする。
	ラトックシステム エンジニアリング	MILSA-EXP	
全反射法	ラトックシステム エンジニアリング	MILSA	へき開面より斜めにレーザを入射し，ウェーハ表面で全反射させ，表面直下の欠陥を検出する。90° 散乱法と同一検出感度で表面直下欠陥が観察できる。
斜入射散乱法 (プリュースタ角入射法)	三井金属	内部欠陥観察法 MO-511	非破壊的に内部の縦断層像群を得て内部欠陥分布を得る。検出密度 $10^4\text{cm}^{-3}\sim 10^{10}\text{cm}^{-3}$ 。
		表面欠陥観察法 MO-521	結晶表面近傍の欠陥を非破壊的に計測方位依存性から欠陥の配置を知る。検出密度 $20\text{cm}^{-3}\sim 10^8\text{cm}^{-3}$ 。結晶表面近傍の欠陥を非破壊的に全自動計測。
		LSTD Scanner MO-6	
	日立ハイテク	OSDA	表層欠陥検査機
	ラトックシステム エンジニアリング	MILSA	非破壊表面近傍欠陥検査
二重暗視野法	日立 DECO	LS6600	表面異物検査機
	Topcon	WM-5000	表面異物検査機
	KLA-Tencor	SP1-TBI	斜入射を用いた表面異物検査機
SP1		垂直レーザ入射による表面異物検査機	
垂直観察法	Semilab	SIRM300	後方散乱を用いた共焦点反射微分干渉型内部欠陥検査装置
	ACCENT	OPP300	透過型微分干渉計測による欠陥計測
	レーザーテック	MAGICS	反射型共焦点顕微鏡による表面欠陥・異物ならびに表面形状の変化を計測。

90° 散乱法における測定での注意点等については，本体に要点を記したが，補足すべき点を次に列挙する。

- 1) 90° 光散乱法で用いられるテレビカメラは，信号が一定以上入力されると飽和してしまうか，又は CCD カメラの場合には，スミアと呼ばれる電荷のしみ出しが生じることがある。したがって，散乱体からの最大散乱強度をこのレベル以下にしておくことが望ましい。
- 2) 使用するレーザ光の波長が $1.064\ \mu\text{m}$ の場合，シリコンのバンドギャップエネルギーより大きいため，弱いながらも，計測に際してバンド端蛍光が生じる。蛍光の波長領域は，使用レーザ波長と重なることから，狭帯域のレーザラインフィルタで蛍光成分を除去し散乱光だけを用いる必要がある。
- 3) BMD の計測範囲は通常 $1\times 10^7\text{cm}^{-3}$ から $1\times 10^{10}\text{cm}^{-3}$ 程度を想定している。密度測定の統計誤差を防ぐためには，観察領域内に少なくとも 10 個程度以上の欠陥の観察される領域を選ぶ必要がある。したがって，低密度の場合には，一観察視野だけでなく連続する数観察視野を用いる必要がある。低倍率にして一観察視野を広くする方法も考えられるが，欠陥画像サイズが小さくなることで微細な欠陥を見落とししたり，倍率を変えることによって検出限界が異なってしまうことを考慮しなければならない。欠陥密度が，上記限界以下では，このようにしても誤差が大きくなる。一方，高密度の場合には，観察領域を狭くすることができるが，欠陥と欠陥の重なりが生じてしまうことから誤差が生じてしまう。ただし，この重なり誤差は選択エッチング法でも生じることから，両者の測定法で，欠陥を計測したときには大きな差はなく，良好な相関関係が得られると考えられる。解説図 1 に示す光散乱像のシミュレーションによると， $10\ \mu\text{m}$ 角の撮像画素をもった CCD を用いて，レー

ザビーム径 $3\ \mu\text{m}$ で 100 倍の対物レンズを用いた場合、密度計測限界は $8 \times 10^{10}\ \text{cm}^{-3}$ 程度であると推測される。



解説図 1-3 $3\ \mu\text{m}$ のレーザービームにて観察したときの密度計測限界の対物レンズ倍率依存性

- 4) BMD 密度が低い場合には、3) と同様なことが、DZ 幅計測でも生じる。観察される欠陥数が極端に少ない場合の DZ 幅は、統計的誤差が非常に大きくなる。例えば、 $1 \times 10^8\ \text{cm}^{-3}$ 以下程度の BMD を生じているウェーハを DZ 幅計測の対象外と考えるか、一定の数、例えば 50 個以上の欠陥が観察される領域で、DZ 幅を計測する、等々の制限が必要である。この誤差は、選択エッチング法においても生じていることから、エッチングと光散乱の対応関係は保たれていることが多い。

なお、密度が極端に少ない場合は、表面と内部での欠陥密度の差が少なく、DZ 層を形成していない場合が多い。

5 ラウンドロビン測定について

5.1 測定の実施

ラウンドロビン測定実施の目的は、各参加団体における相関を見るとともに、標準化への課題や留意点を知ることである。また、選択エッチングと 90° 光散乱法の計測の比較も目的の一つとした。参加団体については、シリコンウェーハベンダー 6 社（三菱住友シリコン、コマツ電子金属、信越半導体、エム・イー・エム・シー、シルトロニックジャパン、東芝セラミックス）、光散乱法の装置メーカー 2 社（ラトック、三井金属）及び 90° 光散乱法の海外研究機関 2 団体 [Siltronic Germany, IHP/BTU Joint Lab. (いずれも独)] の計 10 機関である。

なお、選択エッチング法による計測については、ウェーハベンダーだけの参加となった。

5.2 測定試料

用意した試料は、直径 $200\ \text{mm}$ 、厚さ $725\ \mu\text{m}$ で p 型、抵抗率は概ね $1\ \Omega \cdot \text{cm}$ のものを用意した。すべての試料は、BMD 現像熱処理として $780^\circ\text{C} \times 3\ \text{時間} + 1000^\circ\text{C} \times 16\ \text{時間}$ （乾燥酸素雰囲気）の 2 段階熱処理を実施した。この熱処理条件の選択理由は、アンケートに回答した全機関で実施されていることを確認し、実施された。BMD 密度の水準を 3 種類 (1×10^8 , 5×10^8 , $9 \times 10^9/\text{cm}^3$ ねらい) とし、DZ 幅を 4 種類 (7, 10, 30, $200\ \mu\text{m}$ ねらい) とした。その後、試料は、1/2 にへき開し、一方を光散乱法に、もう一方を更に短冊状に加工し、Modified-Dash 液によって $5\ \mu\text{m}$ エッチングオフをした。測定時の注意として、観察面が

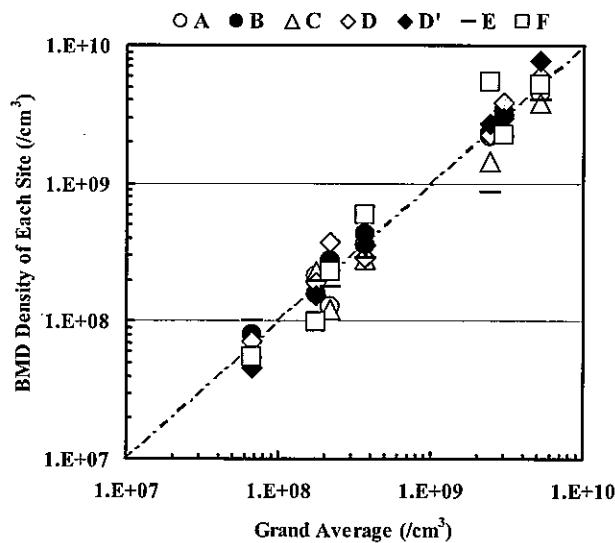
汚れると計測エラーをする可能性が高くなるので、エタノールなどの有機溶剤で表面を拭くなどして清浄に保つようにした。計測位置については、試料のエッジよりステージを移動させ、99 mm⇒100 mm⇒101 mmの三箇所とした。BMD密度は、厚さ中央部で計測し、DZ幅は、表面を観察し、最初の欠陥が計測されたところをDZ1、二つ目の欠陥が計測されたところをDZ2、そして三つ目の欠陥が計測されたところをDZ3として記録してもらった。90°光散乱法についても、計測位置は選択エッチング法と同様にして、エッチング試料のへき開面と向かい合わせの場所を計測するようにした。

5.3 結果並びに選択エッチング法及び光散乱法の比較について

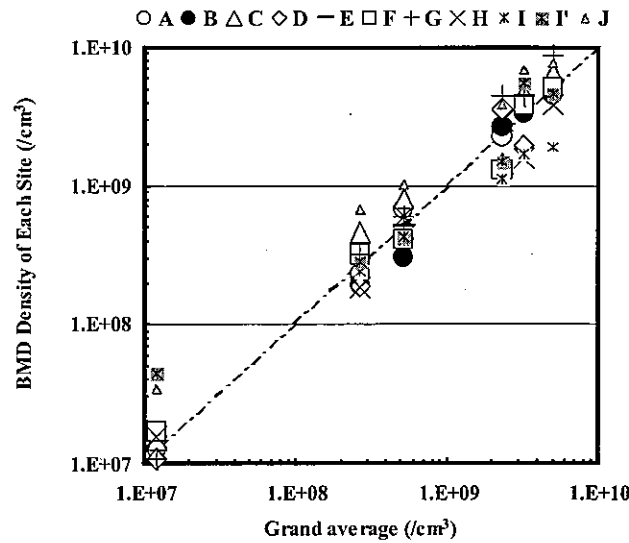
5.3.1 BMD密度

解説図2に各機関の選択エッチング法によるBMD密度の計測結果の比較を示す。試料は、BMD密度用3水準及びDZ幅用4水準の7種類である。Y軸は、各計測機関の3点の平均値であり、X軸は各水準試料の全機関の平均値を示している。図中の一点鎖線は、1:1の関係を表すものである。BMD密度の範囲は、ほぼ計画どおりの 1×10^8 から $1 \times 10^{10}/\text{cm}^3$ となっている。この結果から分かるようにBMD密度の計測は、どの機関も大きな差異は見られず、この規格で用いる方法が十分信頼できる方法であることを示している。この中でD'は、CCDカメラと光学顕微鏡を組み合わせた自動計測装置であるが目視観察結果との一致が見られ、よい状態で運用されていることが理解できる。一方、90°光散乱法における各機関の結果を解説図3に示す。Y軸及びX軸は、解説図2と同様に、各機関の3点の平均値及び各水準の全機関の平均値である。

なお、I'は後方散乱法（SIRM法）による観察例である。選択エッチング結果と同様に、各機関の測定値は非常によい一致が見られており、90°光散乱法における測定の標準化が可能であることを理解できる結果であった。

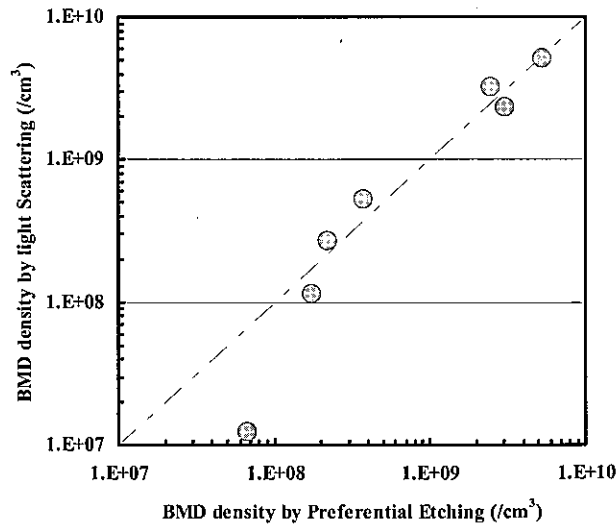


解説図2—選択エッチングによる各測定機関の比較



解説図 3—90° 光散乱法による各測定機関の比較

これらの結果から、選択エッチング法と光散乱法を比較して見ると、解説図 4 のようになる。この図は、各手法の全機関の平均を比較したものである。Y 軸に 90° 光散乱法によって計測された BMD 密度を示し、X 軸に選択エッチング法によって計測された BMD 密度を示している。この結果から、両手法の相関性が高く並列の標準化が可能であることが示唆された。しかし、BMD 密度が $10^8/\text{cm}^3$ を下回るような極端に少ない場合には、測定結果に乖離が生じることもあることが分かった。これは、測定面積(観察視野)が小さく統計誤差が大きいためと思われる。



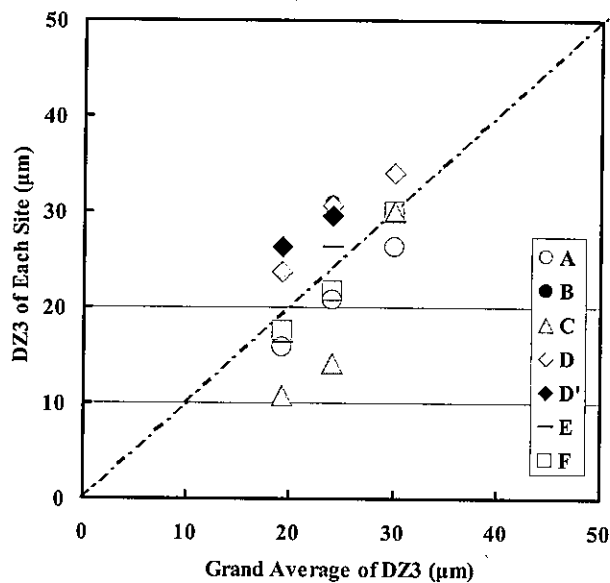
解説図 4—90° 光散乱法と選択エッチング法による BMD 密度測定の比較

選択エッチングでは、一般にマニュアル計測が行われており、測定者がそのときに応じて観察倍率を変えたり、視野面積を変えたりしているが、90° 光散乱法では視野面積を固定したために最適計測とならず生じた問題と考えられる。BMD 密度が極端に高いとき ($1 \times 10^{10}/\text{cm}^3$ を越える場合) にも、測定条件が最適にならず同じ状況が発生することが予想される。このような場合にも、観察視野をマニュアル計測同様、

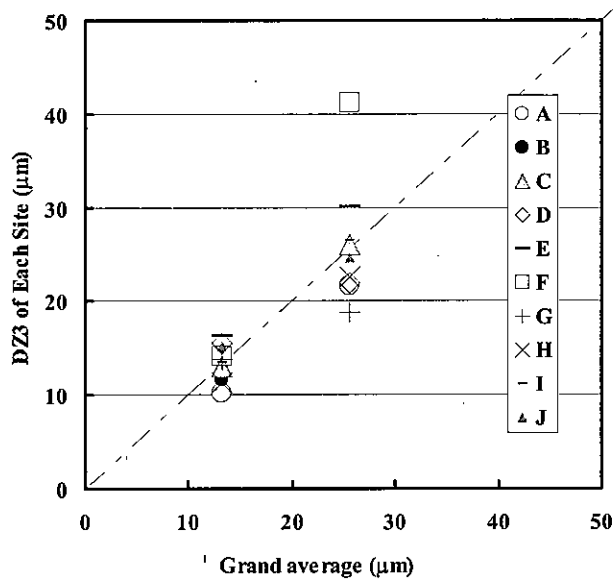
変更して計測を実施することを推奨する。

5.3.2 DZ幅

次に、DZ幅の計測について述べる。試料は、DZ幅用4水準であるが、DZ幅200 μm の試料は欠陥密度が低くDZが形成されなかったためデータ解析の対象から除外している。解説図5は、選択エッチング法によるDZ3、つまりシリコンウェーハ表面から観察して三つ目のBMDが検出された位置をDZ幅として計測した結果を示したものである。Y軸に各サイトで計測されたDZ幅を示し、X軸に各水準の平均値を示している。この各機関の測定結果から、標準偏差は $\pm 6.1\mu\text{m}$ であった。標準偏差がやや大きい理由は、本体に述べたようにDZ1のウェーハ中における場所によるばらつきが大きく影響していると考えられる。今回のように、試料を巡回しハンドリングを何回も繰り返す動作することによって観察面が汚れてしまうことも誤差の要因である。さらに、ばらつきの原因は、カウントするエッチピットの大きさが、機関ごとに若干異なるためと思われる。結果としては各水準を分類することはできているという結果となった。同様の見方を 90° 光散乱法でも行ってみると、解説図6のようになる。ここでは、装置の状態、測定条件に関する指定は必要以上には行っていない。すなわち本測定結果は、現状の装置運用状態を示すものである。この図において、2水準のデータだけを記載している理由は、3水準目のデータが $50\mu\text{m}$ を超えており省いていることによる。各機関の測定結果から、標準偏差は $\pm 4.9\mu\text{m}$ であった。結論として、選択エッチング同様、 90° 散乱法による各水準のDZ幅の分類は可能である。

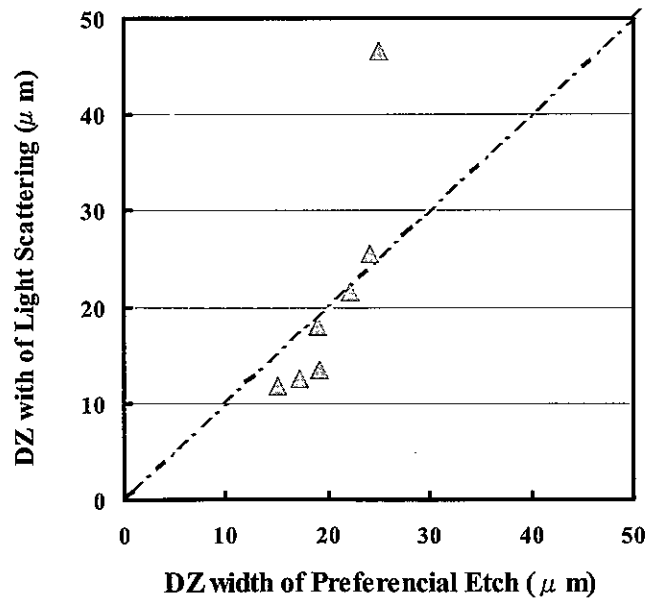


解説図5-選択エッチングによる各機関のDZ3値の比較



解説図 6—90° 光散乱法による各機関の DZ3 値の比較

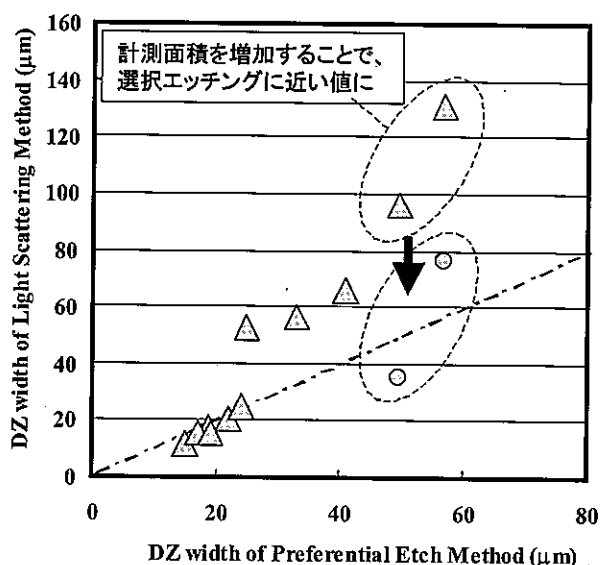
ここで両手法の比較をしてみると、解説図 7 のようになる。グラフ中のデータは、各手法における、DZ1、DZ2、DZ3 の平均値を示したものである。この結果から、DZ 幅が 10 μm から 25 μm の範囲でよい一致が見られる。しかし、DZ 幅がこれより大きくなると、乖離が大きくなっている。この結果から、現状では各機関での選択エッチングと 90° 光散乱法との相関を確認することが望ましいが、併用は可能であることが示された。



解説図 7—90° 光散乱法と選択エッチング法による DZ 幅計測の比較

5.4 低 BMD 密度又は DZ 幅が広い場合の観察視野の影響

解説図 7 における乖離の理由は、一視野に観察される BMD 個数が少なくなることによって、計測位置におけるばらつきが大きくなるからと考えられる。そこで 90° 光散乱法において一視野における面積を増やした場合に DZ 幅がどう変化するかを調べた。結果を解説図 8 に示す。通常のアニールウェーハの範囲である DZ 幅 20 μm 以下では、両者の一致は良かった。しかし、この規格の推奨範囲である DZ 幅 40 μm 以下で乖離が見られる。これに対して、視野を広げて観察欠陥数を多くすると、(△⇒○) 印のように選択エッチングによって計測された値と近くなることが示される。参考までにこのときの計測面積を示しておくと、一視野は 200 μm×166 μm であり、視野の増加は 3 倍から 8 倍とした。したがって、BMD 密度が低い場合にも、計測面積を増やすことによって、90° 光散乱法で選択エッチング法と対応する結果が得られる。



解説図 8—90° 光散乱法で計測面積を増やしたときの DZ 幅の変化

5.5 まとめ

これらの結果から明確になったことをまとめてみると、次のようになる。BMD 密度計測については、各サイトの一致は良好であり、さらに選択エッチング法及び 90° 光散乱法の比較においても良好な相関が見られた。この結果は、両方の方法を標準として制定することが可能であると判断できる。DZ 幅の計測については、各水準の選別については現状で可能であることが分かった。しかし、絶対値についてはよい一致があるとは言えないことが示された。しかし、標準制定は可能と判断した。

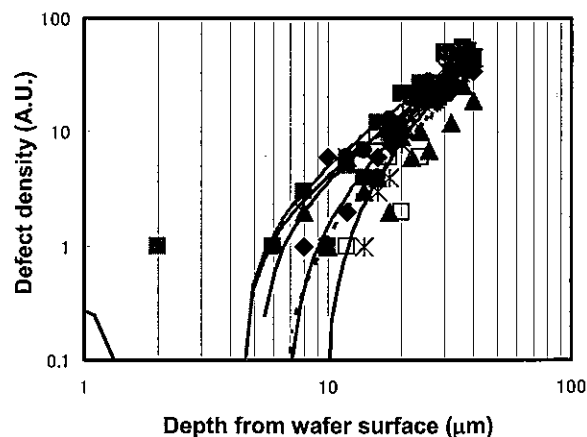
6 今後の課題

6.1 DZ 層幅の定義及び決定方法

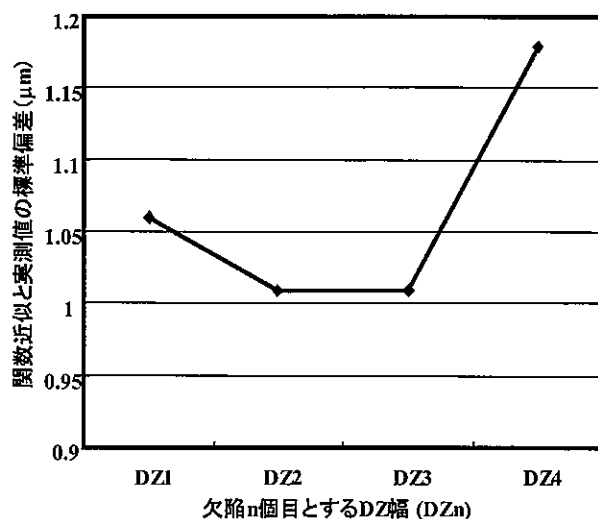
今後の課題として DZ 幅の定義及び計測方法が挙げられる。元来、DZ 幅の実際の意味は、様々な結晶欠陥が存在しない表層の領域である。しかし、この規格の DZ は、熱処理により大きく成長した酸素析出物 (BMD) による DZ である。一般的なデバイスが電氣的に無欠陥を要求する深さは、数 μm であるが、この規格で計測される DZ 幅は、それよりもはるかに広い。このような背景があるので、この規格における DZ 幅の計測ばらつきへの厳密性の要求度は、重金属汚染の捕獲能力に影響を与える BMD 密度と比較して、低いと言える。ウェーハ表層数 μm には、熱処理で消失し難い微小なボイド (空孔欠陥) が残存する確率

の方がはるかに高いが、その密度は概ね $10^6/\text{cm}^3$ 以下と BMD 密度とはけた違いに低く、今回の標準からは除外した。また、DZ 幅の本来の意味は、研磨面から観察して一つ目の欠陥（エッチピット又は散乱体）の位置となる。DZ 幅の決定方法としては、古くから DZ1 から DZ3 といった考え方で実施されているところが多い。それ以外の決定法としては、DZ1 から DZ3 までの平均値など、いくつか存在するが、基本は研磨面から観察して一つ目の欠陥の位置となる。この位置がずれることによって、計測値にばらつきが生じることになる。例えば、BMD 密度が高い場合の DZ 幅は、各手法とも正確に測れていると思われるが、BMD 密度が低い場合、すなわち DZ 幅が広くなるとその乖離が大きくなっていることから分かる。今回実施した欠陥計測の大規模な実験は、初めての試みであり、各機関の現状を知ることができた。これを受けて、いくつかの問題点も明らかとなった。例えば、DZ 幅の定義について深く考える必要があるのではないか、又は表面から一つ目という基準点が動的であるので違う基準を設けるべきだと言う意見もある。一方、DZ3 を用いることによって再現性などが良くなることを示す例もある。例えば、DZ 構造をもつ 6 枚のシリコンウェーハにおける BMD 密度の深さ方向分布を解説図 9 に示す。これらのウェーハの BMD 分布に対して二次関数で近似（カーブフィティング）する。この近似（フィティング）関数によって、DZ 幅を算出し、計算値による欠陥 1~4 個目の位置及び、実測値の標準偏差を得ると、解説図 10 に示すようになった。すなわち、DZ2~3 で標準偏差が極小となった。このことは、欠陥密度の分布関数を得る代わりに、DZ3 を測定しても、概ね妥当であることを示している。言い換えれば、1 個目の位置は、統計的な欠陥分布から予想される位置から大きくばらつきについて発生することが多いということがいえる。その理由は、DZ1 の欠陥は、熱処理による酸素析出の BMD というよりは、熱処理で焼失していない、概ね $10^6/\text{cm}^3$ 以下の低密度のポイドを計測し、観察視野の不足からばらつきとなっていると推測される。

なお、Inoue ら¹²⁾ は、光散乱法による計測は、BMD 密度分布を求めることが可能であり、しかも人による揺らぎがない利点を挙げている。さらに、選択エッチング法と 90° 光散乱法の検出限界の違いについても述べている。DZ 幅の決定については、バルク中の BMD 密度分布を求め、表面に向かって減少する曲線から、例えば $\frac{1}{6}$ 値又は $\frac{1}{10}$ になる深さとして、DZ 幅を求める方法を提案している（本体図 5 参照）。



解説図 9—欠陥密度の深さ分布の実測と二次関数による近似



解説図 10—BMD 密度分布を二次関数で近似した欠陥位置及び DZ1～4 の実測値の標準偏差

このような深さは、本来 DZ 幅というより、欠陥発生層幅というべき性質をもっているが、今回の標準化では、このような定義については言及しない。しかし、今後の機器計測技術の発達、及び今後、この認識の必要性が高まれば標準改訂を考えていきたい。

6.2 検出限界の影響

今回の結果では、選択エッチング法及び 90° 光散乱法による計測差は予想に比べて少なかった。この理由は、熱処理ウェーハでは as-grown ウェーハに比べて欠陥サイズが大きく、計測漏れが少なかったためと考えられる。このことを明らかにするためには BMD の大きさを知り、各方法の検出限界を知り、また必要に応じて検出限界を改善する必要がある。今回のラウンドロビン測定に使用したウェーハ内の BMD による光散乱強度の平均は、相対値として 800K～5 000K カウントであったのに対し、検出限界としては、数 10 カウントである。 90° 光散乱強度が直径の 6 乗に比例するとすれば、今回の試料での BMD サイズの約 $\frac{1}{10}$ まで計測可能ということになる。このときのサイズは、十数 nm 程度と考えられるが、TEM (Transmission Electron Microscope) による直接観察は困難を伴う。一方、RIE (Reactive Ion Etching) によって BMD を直接観察できるとの報告¹³⁾がなされている。

デバイス微細化に伴い、より微細な結晶欠陥が特性に影響を与えるようになり、より微細な結晶欠陥の計測及び制御をすることが課題になってきた。それに伴い、従来は選択エッチング法によって BMD や DZ は容易に識別することができた。しかし、最近はより微小で、よりデバイス活性ウェーハ表層近傍の結晶欠陥の情報が必要になっているが、正確な計測が困難になっている。今後は光散乱法での検出限界近傍の結晶欠陥情報を得るため、TEM、RIE 等の直接観察法との比較検討が必要と考えられ、今後の課題である。

7 参考文献

- 1) T.Y.Tan, E.E.Gardner and W.K.Tice: Appl.Phys.Lett. 28, 564 (1976)
- 2) E.Sirtl and A.Adler: Zeitschrift for Metalkunde., 52, 529 (1961)
- 3) F.Secco, d'Aragona: J.Electrochem.Soc., 119, 948 (1972)
- 4) M.Wright: J.Electrochem.Soc., 124, 757 (1977)
- 5) W.C.Dash: J.Appl. Phys., 27, 1193 (1956)

- 6) D.G.Schimmel: J.Electrochem.Soc., 126, 480 (1979)
- 7) K.H.Yang: J.Electrochem.Soc., 131, 1140 (1984)
- 8) S.Nomura,R.Takeda,S.Takasu: J.Electrochem.Soc.,1990 Spring meeting in Montreal, Extended Abstract p430.(1990)
- 9) JIS H 0609-1999: "Test Methods of crystalline defects in silicon by preferential etch techniques", Japanese Standards Association, 1st English Edition (2004)
- 10) K.Moriya,K.Hirai, K.Kashima and S.Takasu, J.Appl.Phys., 66. 5267 (1989)
- 11) K.Moriya and T.Ogawa,: J.J.Appl.Phys 22, L207 (1983)
- 12) N.Inoue, K.Moriya, K.Kashima, R.Takeda, V.Akhmetov, O.Lysyisky and K.Nakashima: in Proc. Of "The 4th International Symposium on Advanced Science and Technology of Silicon Materials" p123 (2004)
- 13) K.Nakashima, Y.Watanabe, T.Yoshida and Y.Mitsushima: J.Electrochem.Soc., 147, 4294 (2000)

JEITA EM-3508 審議委員会の構成表
電子材料標準化委員会

委員長 石垣尚幸 (株)NEOMAX

シリコン技術委員会

委員長	田島道夫	宇宙科学研究所
幹事	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	小椋厚志	明治大学
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	廣川一人	(株)荏原製作所
同	江口公平	エム・イー・エム・シー(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	滝澤律夫	ソニー(株)
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	NEC エレクトロニクス(株)
同	河合直行	(株)ルネサンステクノロジー
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	片浜久	三菱住友シリコン(株)
同	太田泰光	シルトロニック・ジャパン(株)
同	内田英次	沖電気工業(株)
同	竹中卓夫	信越半導体(株)
同	磯崎久	(株)トプコン
同	渡辺正晴	日本エスイーゼット(株)
同	坂井秀男	(株)レイテックス
顧問	垂井康夫	武田計測先端知財団
事務局	中瀬真	(社)電子情報技術産業協会
同	高梨健一	(社)電子情報技術産業協会
同	佐藤秀樹	(社)電子情報技術産業協会
同	吉田晃	(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㈱
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㈱
同	中村典夫	エム・イー・エム・シー㈱
同	住江伸吾	㈱コベルコ科研
同	松本圭	コマツ電子金属㈱
同	篠宮勝	信越半導体㈱
同	迫田元	ソニー㈱
同	竹田隆二	東芝セラミックス㈱
同	斉藤滋晃	㈱ルネサステクノロジ
同	金田寛	㈱富士通研究所
同	米田健司	松下電器産業㈱
同	渡辺正晴	日本エスイーゼット㈱
同	後藤大助	日本エー・ディー・イー㈱
客員	小山浩	日本電子㈱
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
同	佐藤秀樹	(社)電子情報技術産業協会

微小欠陥評価標準化 WG

主査	竹田隆二	東芝セラミックス㈱
委員	田中雅己	アクセントオプティカルテクノロジーズ㈱
同	高橋亨	エム・イー・エム・シー㈱
同	北川悟	コマツ電子金属㈱
同	中居克彦	シルトロニック・ジャパン㈱
同	加藤正弘	信越半導体㈱
同	小野敏昭	三菱住友シリコン㈱
同	鹿島一日兒	東芝セラミックス㈱ (学振 145 委員会・幹事)
同	守矢一男	三井金属鉱業㈱ (学振 145 委員会・幹事)
事務局	高梨健一	(社)電子情報技術産業協会
同	佐藤秀樹	(社)電子情報技術産業協会

日本学術振興会 結晶加工と評価技術第 145 委員会 F 分科会 (平成 16 年 10 月)

分科会主査	井上直久	大阪府立大学
幹事	守矢一男	三井金属鉱業㈱
同	鹿島一日兒	東芝セラミックス㈱

委員	田島道夫	宇宙航空研究開発機構
同	坂井一文	熊本県立技術短期大学
同	島貫康	三菱住友シリコン
同	南郷脩史	ラトックエンジニアリング(株)
同	渡辺正晴	日本エスイーゼット(株)
同	池田和子	NEC エレクトロニクス(株)
同	今井正人	コマツ電子金属(株)
同	竹田隆二	東芝セラミックス(株)
同	竹中卓夫	信越半導体(株)
同	中居克彦	シルトロニック・ジャパン(株)
同	中嶋健次	(株)豊田中央研究所
同	中村典夫	エム・イー・エム・シー(株)



Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

JEITA EM-3508

**Test Method for Bulk Micro Defect Density and
Denuded Zone Width in Annealed Silicon Wafers**

Established in July, 2005

Prepared by

Silicon Technologies Committee

Technical Standardization Committee on Electronic Materials

Published by

Japan Electronics and Information Technology Industries Association

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

Printed in Japan

This document is a translation without guarantee. In the event of any doubt arising, the original standard in Japanese is to be evidenced.

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.

© 2005 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

Foreword	1
1 Scope	1
2 Referenced Standards	1
2.1 Standards on Preferential Etching	1
2.2 Standards on Etching Solutions	1
2.3 Standards on Purity of Water	2
2.4 Standards on Lasers	2
3 Summary	2
4 Terminology	2
4.1 Oxide Precipitates	2
4.2 Bulk Micro Defects (BMD)	2
4.2 Stacking Faults	3
4.4 Denuded Zone (DZ)	3
4.5 Examination Magnifications of Microscopes	3
4.6 Light-Scattering Centers	3
5 Measurements	3
5.1 Conditions on Samples and Development Heat Treatment	3
5.2 Creation of Examination Samples and Measurement Positions	4
5.3 Preferential Etching Techniques	5
5.4 Laser-Scattering Tomography	6
6 Reported Data	10
Annex (References) Bibliography	11
Explanation	12

Standard of Japan Electronics and Information Technology Industries Association

Test Method for Bulk Micro Defect Density and Denuded Zone Width in Annealed Silicon Wafers

Foreword

This standard provides definitions of test methods for bulk micro defect (BMD) densities and denuded zone (DZ) widths in annealed silicon wafers. This standard describes both preferential etching methods (JIS H 0609) and laser-scattering tomography techniques as procedures to measure BMD densities and DZ widths. These procedures have been standardized based on questionnaires and the results of round-robin measurements at eight domestic sites and two overseas sites conducted between January and December 2004.

1 Scope

This standard defines test methods of BMD (which generally consist of oxide precipitates) densities and DZ widths that form in silicon wafers after applying heat treatments. The procedures covered in this standard are intended to measure BMD densities over a range of $10^7/\text{cm}^3$ to $10^{10}/\text{cm}^3$ and DZ widths up to 40 μm . This standard's measurement procedures may be used with annealed silicon wafers with BMD densities and DZ widths outside of these ranges and also with non-annealed silicon wafers - however, this standard does not guarantee measurement accuracies in such cases.

Safe practices and other handling issues inherent to this standard are the responsibility of the user of this standard.

2 Referenced Standards

Standards listed below constitute a portion of the definitions of this standard through their citation in this document. All cited documents refer to the latest published versions (including supplements).

2.1 Standards on Preferential Etching

JIS H 0609:1999	Test Methods of Crystalline Defects in Silicon by Preferential Etch Techniques
SEMI MF1725	Practice for Analysis of Crystal Perfection of Silicon Ingots
SEMI MF1726	Practice for Analysis of Crystal Perfection of Silicon Wafers
SEMI MF1727	Practice for Detection of Oxidation Induced Defects in Polished Silicon Wafers
SEMI MF1809	Guide for Selection and Use of Etching Solutions to Delineate Structural Defects in Silicon
SEMI MF1810	Test Method for Counting Preferentially Etched or Decorated Surface Defects in Silicon Wafers
DIN 50434	Determination of the crystallographic perfection of monocrystalline silicon by preferential etch techniques on {111} and {100} surface

2.2 Standards on Etching Solutions

JIS K 8819:1996	Hydrofluoric Acid (reagent)
JIS K 8841:1994	Nitric Acid (reagent)

JIS K 8355:1994	Acetic Acid (reagent)
JIS K 8550:1994	Silver Nitrate (reagent)
JIS K 1402:1992	Chromium Trioxide
JIS K 8517:1995	Potassium Dichromate
SEMI C1-0200	Specifications for Reagents
SEMI C35-0699	Specifications and Guidelines for Nitric Acid
SEMI C18-0699	Specification for Acetic Acid

2.3 Standards on Purity of Water

ASTM D5127	Standard Guide for Ultra Pure Water Used in the Electronics and Semiconductor Industry
-------------------	--

2.4 Standards on Lasers

JIS C 6801:1988	Glossary of Terms Used in Laser Safety
JIS C 6802:2005	Safety of Laser Products
JIS C 6180:1991	Measuring Methods for Laser Output Power
JIS C 6182:1991	Test Methods of Optical Power Meters for Laser Beams

3 Summary

Preferential etching and laser-scattering tomography are the main methods used today to measure crystalline defects in silicon wafers. In preferential etching, the older practice, the measurement surface of the silicon wafer is etched with a solution, which exposes crystalline defects formed by heat processing as etch pits. These etch pits are observed and counted under an optical microscope or by other means. Laser-scattering tomography, which has become popular in recent years, measures fault distributions by probing the silicon wafer with a laser beam at near-infrared wavelengths - wavelengths at which silicon is highly transparent - and detecting light scattered by the defects in the silicon [see Reference 1 in the **Annex (References)**]. This standard defines measurement methods of oxide precipitates and denuded zones near the surface using both conventional preferential etching techniques and newer laser-scattering tomography.

4 Terminology

Definitions of the primary terms used in this standard are given below. Definitions of oxide precipitates and bulk micro defects quote **JIS H 0609**.

4.1

Oxide Precipitates

Oxide precipitates are oxygen atoms existing between lattices, included as impurities in Czochralski-grown silicon crystals, that are deposited as silicon oxides as they react with silicon during heat growth history or during later heating stages. Oxide precipitates account for most bulk micro defects. They appear as etch pits under magnification after preferential etching or as light-scattering centers when light-scattering techniques are applied.

4.2

Bulk Micro Defects (BMD)

Bulk micro defects are micro defects within the wafer such as dislocations, stacking faults, and precipitates. Bulk micro defects are observable as etch pits on the {110} cleavage plane under 100-times or greater total magnification after cleaving the {110} surface and applying preferential etching. The majority of bulk micro defects

in annealed silicon wafers are oxide precipitates.

Note that this definition does not cover grown-in void defects.

4.3

Stacking Faults

In a perfect crystal, atom surfaces are stacked cyclically. Stacking faults are stratified defects where irregularities occur in the stacking order. They are one type of area lattice defect (planar defect) existing either on the surface or within the silicon wafer.

4.4

Denuded Zone (DZ)

The denuded zone is a layer where the occurrence of oxide precipitates and other micro defects is suppressed by the formation of a region of low-oxygen concentration near the surface, as interstitial oxygen in the silicon diffuses outward with heating.

Note that this definition does not cover grown-in void defects.

4.5

Examination Magnifications of Microscopes

4.5.1

Eyepiece observations

The total magnification, M , of visual observations using a microscope is the magnification of the objective lens, M_o , multiplied by the magnification of the eyepiece lens, M_e . This relationship is represented by the equation below. During observations, scales or observation frames are inserted in the reticle plane to indicate the measurement area.

$$M = M_o \times M_e$$

4.5.2

Using image sensors

The total magnification, M , of a microscope using an image sensor or pickup device is the magnification of the objective lens, M_o , multiplied by the magnification of the photo lens, M_p . This relationship is represented by the equation below. This equation does not include any monitor magnification, the ratio between the image sensor size and the monitor size. The examination range is the effective measurement area of the image sensor divided by the square of the total magnification.

$$M = M_o \times M_p$$

4.6

Light-Scattering Centers

This is a point from which light is diffused when light from a laser is passed through the silicon wafer. Defects can be detected as light-scattering centers because the index of refraction in the silicon wafer changes at defects, such as contaminants or distortions, causing the incident light to disperse.

5 Measurements

The following sections present the procedures for measuring BMD densities and DZ widths in silicon wafers.

5.1 Conditions on Samples and Development Heat Treatment

This standard applies to mirror-finished annealed silicon samples with a specific resistance of $0.01 \Omega \cdot \text{cm}$ or greater. Predetermined heat treatment is applied when obtaining measurements is difficult because, for example, the

defects in the sample are too small. Thermal treatment conditions cannot be defined unambiguously since they are tailored to the end use of the silicon wafer. Therefore, the heat treatment conditions shall be determined by agreement between the relevant parties. A typical development heat treatment is three hours at 780°C in dry oxygen followed by 16 hours at 1000°C in dry oxygen.

5.2 Creation of Examination Samples and Measurement Positions

The silicon wafer is cleaved in the center along {110}. The {110} surface can be identified easily because it is either parallel or perpendicular to the orientation flat or notch of (110). For preferential etching, the sample is cleaved into a rectangular section 10 to 20 millimeters in width and the surface prepared to facilitate observations under a microscope. The silicon wafer is also cleaved in the center for laser-scattering tomography measurements and made into a half-round section or a rectangular section.

The created sample must be handled so the examination surface is free of work damage, contamination, or residues. Contaminates and residues can cause measurement errors. If contamination or residues stick to the sample, wipe the measurement surface with alcohol or other solvent so measurements can be taken on a clean surface.

Bulk micro defects are not necessarily distributed homogeneously in a radial direction around the silicon wafer; the radial distribution of defects changes depending on heat treatment conditions. Thus, the measurement position requirements for radial distributions of bulk micro defects are adjusted according to the objectives of the wafer user. For this reason, measurement position particulars are usually determined by agreement between the relevant parties using the measurement results. Some possible measurement position guidelines are a three-point measurement system, like that illustrated in Figure 1, where measurements are taken at the center, at half the radius, and at a point 10 millimeters from the wafer edge, and a one-point measurement system, where the measurement taken in the center of the wafer.

At each measurement point, the BMD density is measured at the midpoint of the wafer's cross-sectional width and the DZ width is observed and measured just under the surface.

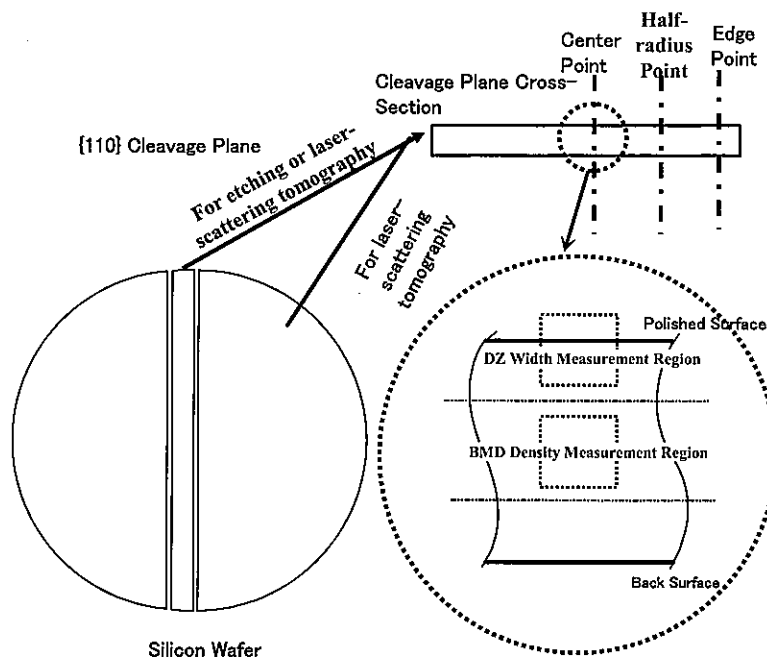


Figure 1 — Example Measurement Positions

5.3 Preferential Etching Techniques

5.3.1 Notes on preferential etching reagents

The preferential etching reagents must conform to the reagent concentrations and usage practices given in references such as **JIS H 0609** and **SEMI MF1809**. Measurement results are not guaranteed when etchant mixtures are used that are not given in the referenced standards. When examining bulk defects within the silicon wafer with an etching process, the silicon wafer is cleaved and then etched with a prescribed etchant mixture. The cleaved-and-etched surface is examined under an optical microscope. The etching depth shall be between 1.5 μm and 5.5 μm .

5.3.2 Measuring BMD densities

BMD densities are measured with an optical differential-interference reflection microscope. Visual examinations are commonly made at 100-times to 500-times total magnification. When the defect density is low, it is necessary to reduce statistical error by increasing the total number of defects counted. This can be achieved by either examining the defects at an even lower magnification or expanding the examination range.

Defects can be counted either from an image recorded through the microscope or directly while observing the sample under the microscope (**Photo 1** shows a typical BMD observation). In this standard, either of these methods may be used. When measurements are taken with an automatic measuring device (for example, equipment combining an optical microscope and a CCD camera), they must be taken under conditions complying with the device's specification.

Calculate either the area density, by dividing the number of observed defects by the examination area, or the volume density (dividing the area density by the etching depth) and record and report the results as stipulated in **Section 6**.

The density of BMDs caused by heat generally has a depth distribution (**Photo 2**). The BMD density near the surface is low, but the density increases with depth until a certain depth where the density levels off. From this point, the density either remains constant or decreases with depth. BMD density measurements after etching are made at the midpoint of the wafer's thickness. But if the depth profile of the BMD density plateaus at a shallower wafer depth and this density can be confirmed to be the same as the density at the midpoint, measurements taken at the shallower depth can be regarded as the BMD density at the wafer's center.

5.3.3 Measuring DZ widths

DZ widths are usually measured visually under a microscope at a total magnification of 100-times to 500-times. When the defect density is low, it is necessary to reduce statistical error by either examining the defects at an even lower magnification or expanding the examination range (**Photo 2** gives a typical DZ observation).

As **Figure 2** illustrates, the DZ width is essentially the depth from the surface to the nearest defect. However, alternative DZ width measurements may be determined by agreement among relevant parties. One alternative DZ width definition is the distance from the silicon surface to the third defect. An advantage of using the third defect is repeatability; results are often impossible to reproduce when the first or second defects are used as determinants. This standard recommends defining the DZ width as the depth to the third defect since past experience has shown this is an effective practice.

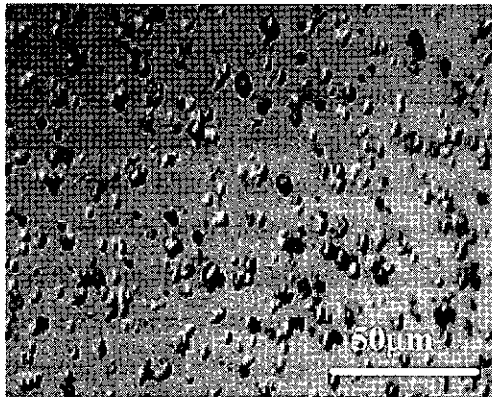


Photo 1 – Typical BMD Examination Example

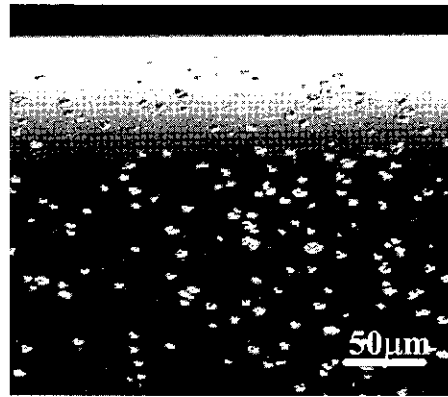
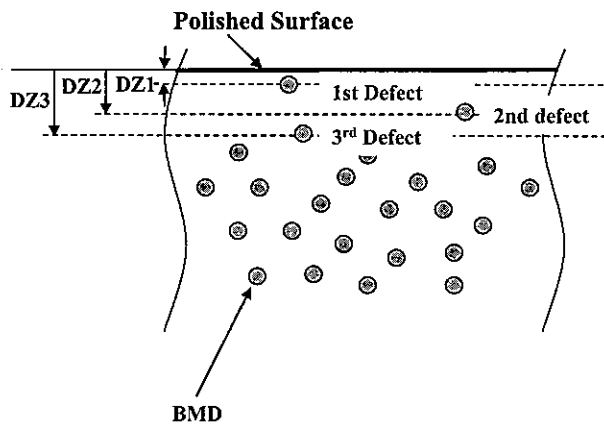


Photo 2 – Typical DZ Examination Example

Other methods of determining the DZ width include using the first or second defect from the surface or finding the average between the first and third defect. When measurements are taken with an automatic measuring device (equipment combining an optical microscope and a CCD camera), they must still follow the basic conditions for visual examinations. Measurement results are reported in accordance with **Section 6**.



Details of DZ Width Measurement Examples:

- (1) DZ1: Location of the first BMD from the polished surface
- (2) DZ2: Location of the second BMD from the polished surface
- (3) DZ3: Location of the third BMD from the polished surface
- (4) Average of DZ1, DZ2, and DZ3
- (5) Other methods agreed to by the relevant parties

Figure 2 – Examples of DZ Width Measurements

5.4 Laser-Scattering Tomography

There are several techniques to evaluate defects with light scattering. This standard employs laser-scattering tomography, the most widely accepted technique today meeting this standard's measurement objectives. Here, laser-scattering tomography refers to measurement systems based on the principles outlined in **Section 5.4.1**. This standard does not guarantee results from measurement methods not conforming to these principles. Additionally, results are not guaranteed when the precautions, described in **Section 5.4.2**, are not followed.

5.4.1 Measurement principles of laser-scattering tomography

Laser-scattering tomography is one type of defect-monitoring technique relying on light scattering. **Figure 3** provides a block diagram of the basic equipment for laser-scattering tomography. A near-infrared YAG laser - with an output power of between one and 2,000 milliwatts at a wavelength of 1.064 µm, for example - is used as the light

source. A collector lens is used to focus the laser beam inside the crystal on a point roughly five millimeters in diameter. Since the refractive index within silicon crystal is high, about 3.5, the beam propagates with a tightly focused cross-sectional area nearly $5\ \mu\text{m}$ in diameter. The laser's light scatters when it encounters a defect in the silicon. The scattered light passes through a 50-times to 100-times microscope stationed at 90° to the incident beam where it forms an image. The light scattering is observed with a television camera sensitive to near-infrared wavelengths. By slowly scanning the sample, the system superimposes the light-scattering images to obtain a tomogram, like that shown in **Photo 3**. It is preferable to place the beam as close to the edge of the sample as possible, but it is focused at a distance of $40\ \mu\text{m}$ on a point where scattering does not occur at the sample edge. Observations can be made either from the cleavage plane with the laser entering from the polished surface, like in **Figure 3**, or vice-versa. Entering the laser beam from the polished surface is advantageous for obtaining defects at the surface of the silicon wafer as well as depth distributions. Conversely, illuminating the sample from the cleavage plane is advantageous when observing near-surface defects from the polished surface to about $10\ \mu\text{m}$ below the polished surface.

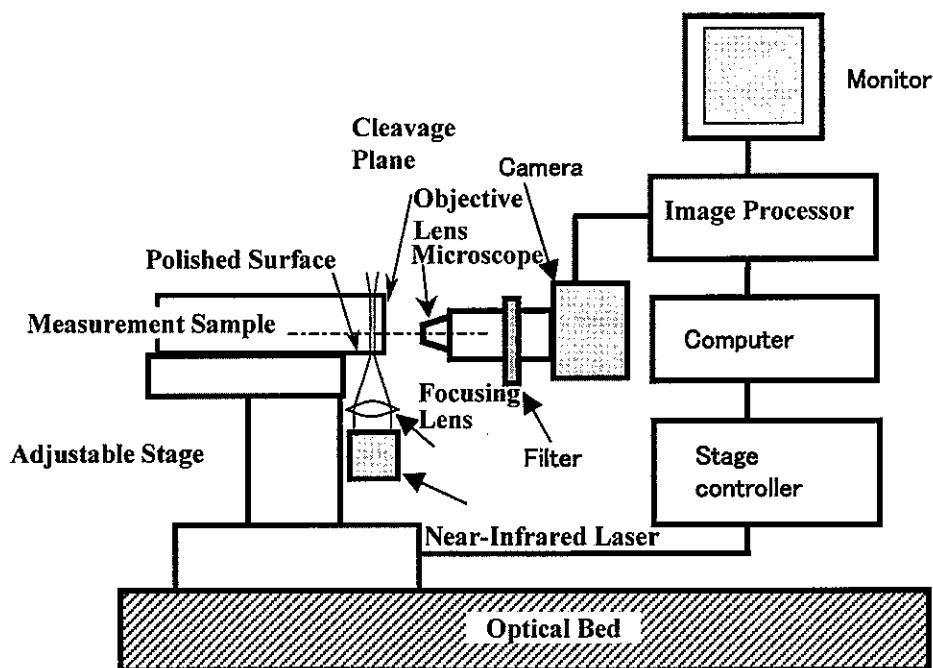


Figure 3—Block View of a Laser-Scattering Tomography Setup Using a Near-Infrared Laser Capable of Observing In-Plane and Cross-Sectional Images of the Wafer

5.4.2 Precautions when using laser-scattering tomography

- a) Since laser-scattering tomography uses the cleavage plane of samples, any chips at the edge of the cross-section or any contamination or residue attached to the cross-section or polished surface will diminish the measurement sensitivity. To attain optimal sensitivity, due care must be taken when preparing samples. Furthermore, it is desirable to monitor and stabilize the measurement sensitivity by using a reference wafer containing predetermined reference micro defects.
- b) The intensity of scattered light is proportional to the defect size raised to the sixth power when a micro defect is fairly small in comparison to the illuminating wavelength. To calibrate measuring equipment then, it is

advisable to prepare a number of standard reference wafers with different levels of defect densities and defect sizes. The purpose of the calibration is to obtain the largest dynamic range of detectable defect sizes when examining light-scattering centers by adjusting the incident light strength, the receiving ND filter, or the reading rate or gain of the television camera.

- c) While all types of defects scatter light, not all scattered light can be observed. Depending on the anisotropic structure of a defect, its scattered light may not be visible at 90° to the incident light or it may scatter extremely low levels of light. See references 2 and 3 in the **Annex (References)** for more about the anisotropic structure of defects.
- d) Defects having the same volume do not always produce the same scattered light intensity due to the refractive indices of defects and the amount of deformities around the defects. These phenomena must be considered when predicting defect sizes from light-scattering intensities. As long as the defect structures are the same however, it is easy to find a correlation between scattering intensity and defect size.
- e) It is advisable that both the equipment manufacturer and the end user retain reference wafers so measurement equipment is manufactured and maintained with minimal deviations between units.
- f) With this measurement equipment, a particle of dust on the examined sample may scatter the laser beam and degrade the measurement accuracy. Therefore, it is recommended the equipment be installed in a class 10000 or better clean room and measures be taken to remove vibration to enable the detection of scattered light from microscopic BMDs.

5.4.3 Laser handling and safety precautions

- a) The characteristics of a laser change with use over time. The laser power in particular is subject to deviation. Therefore, it is necessary to correct the laser with a calibrated power meter.
- b) Lasers generating the wavelengths used in laser-scattering tomography and outputting continuous waves at 500 milliwatts or more are categorized as Class 4 devices. Therefore, to ensure safe handling of the measurement equipment, Class 1 shielding must be put in place so absolutely no direct laser light, reflected light, or scattered light escapes from the device. Furthermore, maintenance technicians must carry out maintenance inspections while wearing protective goggles. During maintenance work, the area the equipment is installed in must be controlled so no one other than maintenance technicians can enter or else a safety mechanism must be in place to automatically disconnect the laser beam should anyone enter the area.
- c) General users must operate the measurement equipment's laser mechanism in accordance with the directions of the equipment administrator. The equipment administrator must also provide safety training on lasers to all users.

5.4.4 Measuring BMD densities

The procedure for measuring BMD densities with laser-scattering tomography is essentially the same as that with preferential etching, outlined in **Section 5.3.2**. BMD densities are usually measured while being observed at a normal magnification of 50 times to 100 times. The magnification used, however, may change in certain circumstances. The volume density is calculated by dividing the number of observed BMDs by the volume illuminated by the laser beam (the examination area (laser beam diameter)).

Since it is possible to measure defects automatically with laser-scattering tomography, measurements of the BMD density distribution are taken, extending from the surface to the bulk of the wafer. **Photo 3** shows a laser-scattering tomograph of an internal wafer cross-section taken at 50-times magnification.

Individual BMDs appear as points since they are smaller than the optical resolution, meaning only the defect positions (Figure 4) are found. From the defect positional information, the area density distribution is found of defects in the examination range, the thickness of which is defined by the laser beam's diameter. Next, the volume density distribution (Figure 5) is calculated by dividing the area density by the beam diameter. The value where the BMD density reaches a fixed saturation is seen from the distribution measurements in an annealed wafer, like those in Figure 5. This saturation value can be used as a substitute for the BMD density measured at the wafer's internal midpoint. In Figure 5, this value is found to be $1.3 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$.

In wafers with low defect densities, a sufficient number of defects must be observed to maintain measurement accuracy. This can be accomplished by either broadening the examination area or enlarging the examination volume. The examination volume can be expanded by creating a 3D measurement, in which the laser's scan position is stretched to deepen the observation depth. Conversely, when working with a wafer with a high density of defects, care must be taken to separate defect images that overlap.

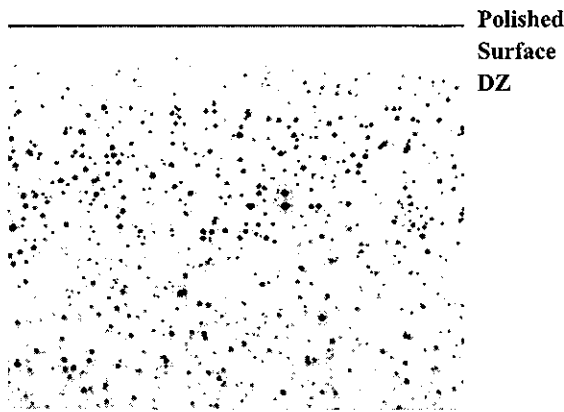


Photo 3—A BMD Examination with Laser-Scattering Tomography

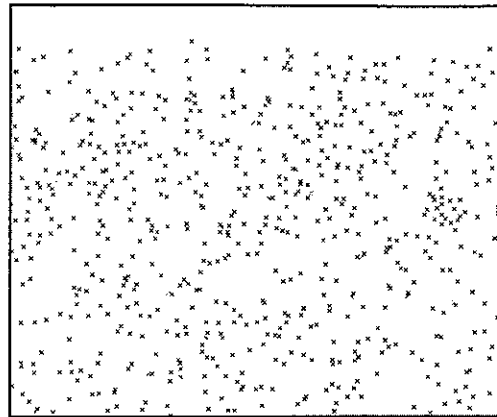


Figure 4—Defect Positions Obtained from the Light-Scattering Image in Photo 3 (260 (310 (width) millimeters)

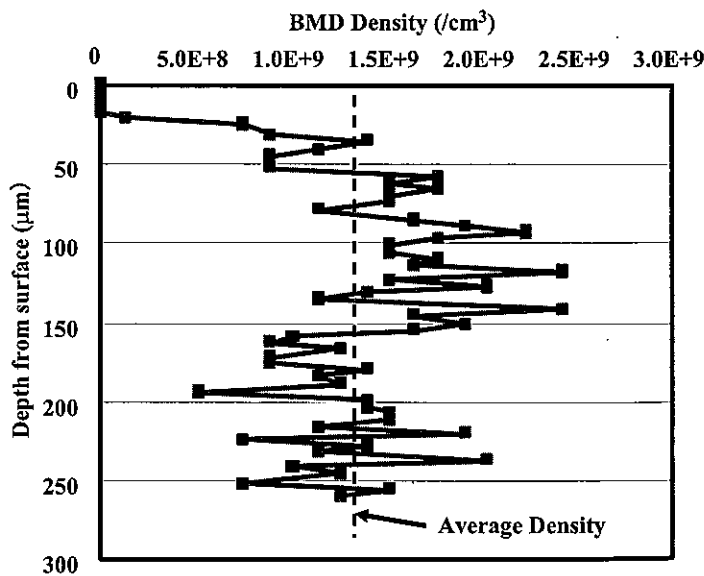


Figure 5—Depth Distribution of Densities Obtained from the BMD Positions in Figure 4

5.4.5 Measuring DZ widths

The procedure for measuring DZ widths with laser-scattering tomography is essentially the same as that with preferential etching, described in **Section 5.3.3**. In laser-scattering tomography, DZ width measurements are normally taken while viewed at 50-times to 100-times magnification. The observation magnification, however, changes in some circumstances.

6 Reported Data

The following information shall be reported:

- a) the measurement method, the measurement equipment, the name of the operator, and the date of the measurements;
- b) (*when preferential etching is employed*) the preferential etching reagent and the etching depth;
- c) the type (features) of the sample;
- d) measurement positions;
- e) magnification used; and
- f) measurement results (BMD area density or volume density, DZ width, and DZ-width determination method).

The release of this information shall be determined by agreement between the relevant parties.

Annex
(References)
Bibliography

Preface

This Annex is not part of **JEITA EM-3508**. It lists related documents that provide additional information that may be helpful in understanding some of the topics covered in this standard.

- 1) Moriya, K., Hirai, K., Kashima K., and Takasu, S., J. Appl. Phys., **66**, 5267 (1989).
- 2) Moriya, K., and Ogawa, T., Phil. Mag., A44 (1981) p. 1085.
- 3) Moriya, K., Phil. Mag., B64 (1991) p. 425-445.

Explanation for Test Method for Bulk Micro Defect Density and Denuded Zone Width in Annealed Silicon Wafers

This explanation is not part of JEITA EM-3508. The discussion that follows provides descriptions of items defined or detailed in the standard body or in the Annex as well as other related topics.

1 Background to the Formulation of this Standard

Single-crystal silicon, used for semiconductor device substrates, includes substantial grown-in crystalline micro defects. These defects are known to have qualities that cause semiconductor devices to fail when operated and trap impurities during long semiconductor-device heating processes¹⁾. Therefore, assessing the micro defects contained in a silicon substrate can give the user valuable information on the characteristics of the wafer prior to use.

Preferential etching²⁾⁻⁸⁾ has been the standard method of evaluating these defects for many decades. The main argument for this evaluation technique has been its ability to identify oxide precipitates in the silicon substrate. A large number of oxide impurities exist in silicon substrates grown with the Czochralski process and these oxide impurities become deposited in the substrate as it undergoes long heat treatments. Hence, preferential etching's value.

About 15 years ago, laser-scattering tomography was first applied to silicon to observe the same oxide precipitates. This technique is referred to as *infrared tomography*¹⁰⁾ since it uses infrared light, and it is widely employed today. Optical-transmission methods and grazing-incidence methods also exist.

Until now, there has been no standard encompassing methods of defect examination (measurement) using light. The formulation of a SEMI standard on annealed wafers however, has prompted a need for a standard on measurements (density measurements and denuded zone width measurements) of bulk micro defects (BMD) in silicon substrates. Standardization of this topic started from this need. Two techniques - preferential etching and laser-scattering tomography - were evaluated in the initial stage of the standard's establishment. This study led to a decision to develop descriptions of these techniques' measurement procedures and precautions.

There are many reagents that can be used for preferential etching. Many laboratories and production facilities use reagents based on their application and historical background. Wright etch solution⁴⁾, which includes toxic hexavalent chromium, is the most widely used reagent for preferential etching. Etching solution standards have existed in Japan as well and chromium-based reagents were stipulated by standards until non-chromium reagents were standardized in 1996⁹⁾. Since 1996, JIS have standardized non-chromium-based etching solutions and today their application is commonplace.

While standards already exist on etching solutions for preferential etching techniques, their descriptions of measurement methods as standards has been unsatisfactory. Thus, it was judged that a new standard was needed. It was also believed that laser-scattering tomography should be standardized at the same time.

2 Progression of the Standard's Establishment

Three organizations - the Japan Society for the Promotion of Science's No. 145 Committee on Crystal Fabrication and Evaluation Technologies (Committee 145), the Japan Electronics and Information Technology Industries Association (JEITA), and the Semiconductor Equipment and Materials Institute Japan Site (SEMI Japan) - agreed that BMD density and DZ width measurement practices should be standardized. In recognition of the

necessity for a standard, a consensus was reached to formulate a standard at JEITA, after which work got underway in August 2003.

Although Committee 145 had done some preliminary studies on the standardization of light-scattering techniques, the "Standardization of Light-Scattering Defect Evaluation Techniques" F subcommittee was officially inaugurated in April 2004. At JEITA, standardization commenced in October 2003 with the inception of the Micro-defect Evaluation WG. This WG consisted of eight members - six from JEITA (selected after recruiting people from JEITA corporate members) and two from Committee 145 to gauge the effectiveness of the standard preparation work. Practical standardization activities took place at JEITA while academic studies were pursued at joint meetings between the three organizations (JEITA, SEMI Japan, and Committee 145).

Policy and directions for standardization work at JEITA were determined in the preparatory stage. A survey of the three organizations and other cooperating businesses was conducted to find out what equipment and techniques were in use and the extent of their usage. Questionnaires were sent to 22 organizations - members from different industries on JEITA's Silicon Technologies Committee and Wafer Measurement Standard Technical Committee. The questionnaires looked at both preferential etching techniques and light-scattering techniques. The results showed that JIS non-chromium, Wright, and Modified-Dash etching reagents were the most commonly used and that etching depths ranged from two to 5 μm . Almost all organizations used optical microscopes for BMD measurements, although some used auto-measuring devices equipped with microscopes. All organizations that responded to questions about light-scattering techniques said they used laser-scattering tomography.¹¹⁾ Transmission-based devices also exist, but there are no devices in circulation on the market. Therefore, transmission methodologies were excluded from the standardization mandate. Measurement conditions were selected from these results, and round-robin measurements were conducted.

3 Management of industrial properties, etc.

Mitsui Mining and Smelting Co., Ltd has patents or patents pending on these standards. This company has announced its conditions for licensing those patents or patents pending as show below. For charged licenses, those who would like to acquire such licenses to use the above-mentioned patents or patents pending, they are individually supposed to negotiate with the patent owner or applicants of the patents pending.

Patent owner	Title	Number of industrial property right	Conditions for licensing	Remarks
Mitsui Mining and Smelting Co., Ltd	Measurement of defect distribution and apparatus therefor	No. 2604607	This industrial property right is licensed on reasonable and non-discriminatory conditions.	
Mitsui Mining and Smelting Co., Ltd	Measuring method and device for size information of grain or flaw	No. 2722362	This industrial property right is licensed on reasonable and non-discriminatory conditions.	
Mitsui Mining and Smelting Co., Ltd	Apparatus and method for observing crystal defects	No. 2920056	This industrial property right is licensed on reasonable and non-discriminatory conditions.	

These revisions do not constitute any guarantee that there is no relevant industrial property right, etc., other than the foregoing. JEITA assumes no responsibility concerning any industrial property right, etc., related to these standards.

4 Preferential Etching and Laser-Scattering Tomography

Our standardization focused on two of the many possible techniques to observe defects. This section briefly summarizes these two examination methods.

Explanatory table 1 summarizes some, although not all, types of preferential etching solutions used with single-crystal silicon.

Explanatory table 1—List of Preferential Etching Solutions

Solution	Composition	Etching Rate ($\mu\text{m}/\text{minute}$)	Detected Defects
Sirtl ²⁾	HF(49%):CrO ₃ (5M) =1:1	≤ 1	OSF/Dislocations
Secco ³⁾	HF(49%):K ₂ Cr ₂ O ₇ (0.15M) =2:1	≤ 1.5	OSF
Wright ⁴⁾	HF(49%):HNO ₃ (70%):CrO ₃ (5M):Cu (NO ₃) ₂ :H ₂ O: CH ₃ COOH = 60ml:30ml:30ml:2g:60ml:60ml	≤ 1	OSF/BMD/ Dislocations
Dash ⁵⁾	HF(49%):HNO ₃ (70%):CH ₃ COOH (99.9%) =1:3:12	≤ 0.03	OSF
Schimmel ⁶⁾	HF(49%):CrO ₃ (1M) =2:1	≤ 1.75	Dislocations
Yang ⁷⁾	HF(49%):CrO ₃ (1.5M) =1:1 \Rightarrow Y3 solution	≤ 1.5	BMD
Sato ⁸⁾⁹⁾	HF(49%):HNO ₃ (70%):CH ₃ COOH :H ₂ O=1:12.7:3:3.7 \Rightarrow JIS "A" solution	≤ 1.8	OSF · BMD
M-Dash ⁹⁾	HF(49%):HNO ₃ :H ₂ O:AgNO ₃ =1:2.5:10.5:0.005mol/l \Rightarrow JIS "E" solution	1.4—3.3	OSF · BMD

These etching solutions are applied according to the type of defects to be observed. For example, Sirtl and similar solutions are used to observe large-scale dislocations occurring during crystal pulling, whereas Dash solutions and others with slow etching rates are employed to find extremely minute defects. Wright solution, a versatile solution for all defects, is used prominently. It is essential to select the proper solution for the defect to be viewed.

Explanatory table 2 details different classes of light-scattering methods. Including particle measurements and other surface-fault inspections, common defect-evaluation methods based on light scattering are laser-scattering tomography, grazing-incident methods, double dark-field methods, and perpendicular methods. See **Section 5.4** in the standard body for a discussion of laser-scattering tomography.

Grazing-incident tomography works by focusing the laser beam almost parallel to the crystal surface and observing the scattered light from internal defects in same plane. This technique can test for the presence of defects and measure defects in the denuded zone, but it does not readily measure defect densities in high-density bulk defect layers.

Confocal back-scattering methods use a laser as the microscope's light source to illuminate extremely small regions. A confocal optical system permits observations of micro defects at a specific point by raising the three-dimensional resolution of light scattered by defects in the illuminated region. It is also possible to obtain cross-sectional images of defects by panning either the crystal or laser beam laterally and vertically.

Transmission differential-interference examinations, like back-scattering methods, illuminate extremely small regions using a laser as the differential-interference microscope's light source. In differential-interference observations, polarized transmitted light, light which is displaced slightly in two directions, is converted to electrical signals by separate optical receivers. By taking the difference of the signals, even tiny signal fluctuations caused by defect areas are sensed. It is also possible to obtain cross-sectional images of defects by panning either the crystal or laser beam laterally and vertically.

Explanatory table 2— List of Defect Examination Methods Using Light-Scattering Techniques

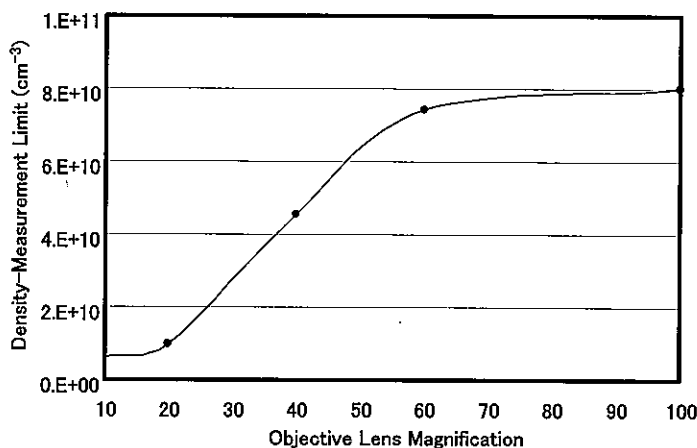
Class	Model and-Function		
	Manufacturer	Model	Summary of Functions
Laser Scattering Methods	Mitsui Kinzoku	MO-411	Obtains fault-scattering images of bulk defects by finely focusing a laser on a small region of the crystal and scanning with the laser. Detectable densities: 10^4cm^{-3} to 10^{10}cm^{-3} . Density measurements and size evaluations are made through image processing.
	Ratoc System Engineering	MILSA-EXP	
Total Reflection Methods	Ratoc System Engineering	MILSA	By focusing the laser at a slant to the cleavage plane, total reflection is obtained at the wafer surface and defects immediately below the surface are detected. These methods can observe defects just below the surface at detection sensitivities equivalent to laser-scattering methods.
Grazing-Incident Methods (Brewster's Angle Illumination)	Mitsui Kinzoku	For bulk defects: MO-511	Obtains a set of bulk longitudinal defect image slices in a non-destructive manner to get bulk defect distributions. Detectable densities: 10^4cm^{-3} to 10^{10}cm^{-3}
		For surface defects: MO-521	Gives the placement of defects near the crystal surface from the measurement-position dependency in a non-destructive manner. Detectable densities: 20cm^{-3} to 10^8cm^{-3} . Totally automated non-destructive measurements of defects near the crystal surface.
		LSTD Scanner MO-6	
	Hitachi High Technologies	OSDA	Inspection device for surface-layer defects
	Ratoc System Engineering	MILSA	Non-destructive inspections for near-surface defects
Double Dark-Field Methods	Hitachi DECO	LS6600	Inspection device for surface faults
	Topcon	WM-5000	Inspection device for surface faults
	KLA-Tencor	SP1-TB1	Inspection device for surface faults using grazing-incident methods
		SP1	Inspection device for surface faults using a perpendicular laser
Perpendicular Examination Methods	Semilab	SIRM300	Inspection device for bulk defects with a confocal, reflective differential-interference system together with back scattering
	ACCENT	OPP300	Defect measurements using transmission differential-interference measurements
	Lasertec	MAGICS	Measures surface-layer defects, faults, and surface-shape transformations with a reflective, confocal microscope

The standard body enumerates the most important precautions when making measurements with laser-scattering tomography. Some additional precautions, however, are listed here.

- 1) Signals from laser-scattering tomography television cameras will become saturated once the input exceeds a certain level or, with CCD cameras, signals will exhibit a sort of charge "smearing." It is advisable to keep

the maximum scattering intensity from light-scattering centers below this saturation level.

- 2) Band-edge fluorescence, however weak, will appear in measurements when using a laser wavelength of 1.064 μm since this wavelength is larger than the band-gap energy of silicon. This necessitates the use of a narrow-band laser-line filter to remove the fluorescence component, which is superimposed on the laser's wavelength, and obtain just the scattered light.
- 3) The measurement range of BMDs is normally assumed to be from $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-3}$ to $1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$. At least 10 or more defect-examination areas must be selected within the examination range to prevent statistical errors from appearing in density measurements. When working with low-density samples, however, this means several contiguous examination views must be taken instead of just one examination view. The examination view could be broadened by lowering the magnification, but this introduces the risk of overlooking micro defects because the image of each defect is so small, and the fact that changing the magnification changes the detection limits cannot be ignored. When defect densities fall below the range above, errors become more significant regardless. On the other hand, the examination view can be expanded more readily with high-density samples, but errors still occur because defects become superimposed at lower magnifications. Yet these superimposition errors occur with preferential etching methods as well. Thus, it is conceivable to find a good correlation where large discrepancies do not exist after measuring defects with both methods. Applying the light-scattering image simulation shown in **Explanatory figure 1**, it is possible to predict a density-measurement limit of $8 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ when using a CCD with 10- μm -square photo pixels and a 100-times objective lens with a 3- μm -diameter laser beam.



Explanatory figure 1—Dependence of the Density Measurement Limit and the Objective Lens Magnification when Making Measurements with a 3- μm Laser Beam

- 4) The same problems as outlined in 3) above occur with DZ width measurements when the BMD density is low. The statistical error in DZ width measurements becomes enormous when the number of defects observed is extremely small. Various restrictions then must be put in place, such as ruling out measurements of DZ widths in wafers with BMD densities less than $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-3}$ or requiring DZ width measurements to be taken where a fixed number of defects, say 50 or more, are observed. Statistical errors are also present with preferential etching methods, so a correspondence between etching and light scattering is often maintained.

In many cases where the defect density is very low, a DZ layer is not formed because there is little

difference between the surface and bulk defect densities.

5 Round-Robin Measurements

5.1 Measurement Process

The objective of performing round-robin measurements was to see the correlation among the participating sites and to uncover any remaining problems or precautions related to the standardization. Another objective was to compare measurements by preferential etching and laser-scattering tomography. Ten institutes participated in the round-robin: six silicon wafer vendors (Sumitomo Mitsubishi Silicon, Komatsu Electronic Materials, Shin-Etsu Handotai, MEMC, Siltronic Japan, and Toshiba Ceramics), two light-scattering device makers (Ratoc and Mitsui Kinzoku), and two overseas research institutes involved in laser-scattering tomography (Siltronic Germany and IHP/BTU Joint Lab (both located in Germany)).

Note that only the wafer vendors performed preferential etching measurements.

5.2 Measurement Samples

The prepared samples were p-type silicon wafers with a diameter of 200 mm and a thickness of 725 μm and had a specific resistance of roughly $1 \Omega \cdot \text{cm}$. A two-stage heat treatment for BMD development - 780°C for three hours and 1000°C for 16 hours (in a dry oxygen atmosphere) - was applied to all samples. These heat-treatment conditions were selected because all organizations answering our earlier survey indicated they used these parameters. Samples were prepared with three levels of BMD densities (1×10^8 , 5×10^8 , $9 \times 10^9/\text{cm}^3$) and four DZ widths (7, 10, 30, and 200 μm). The samples were then cleaved in half. One half was reserved for light-scattering measurements and the other was further processed into a rectangular section. Etching to a depth of 5 μm was done with a Modified-Dash solution. The surfaces of the samples were wiped with ethanol or other organic solvents to ensure they were clean before taking measurements, as contaminated examination surfaces are far more likely to incur measurement errors. Measurements were taken at three points - 99 millimeters, 100 millimeters, and 101 millimeters - by moving the stage from the sample edge. At each measurement position, the BMD density was measured at the midpoint of the wafer's thickness and three DZ widths were recorded: DZ1 where the first defect was measured, DZ2 where the second defect was measured, and DZ3 where the third defect was measured. Light-scattering measurements were taken at the same positions opposite the positions on the cleavage plane of the etched samples where preferential etching measurements were taken.

5.3 Results and Comparisons of Preferential Etching and Laser-Scattering Tomography

5.3.1 BMD densities

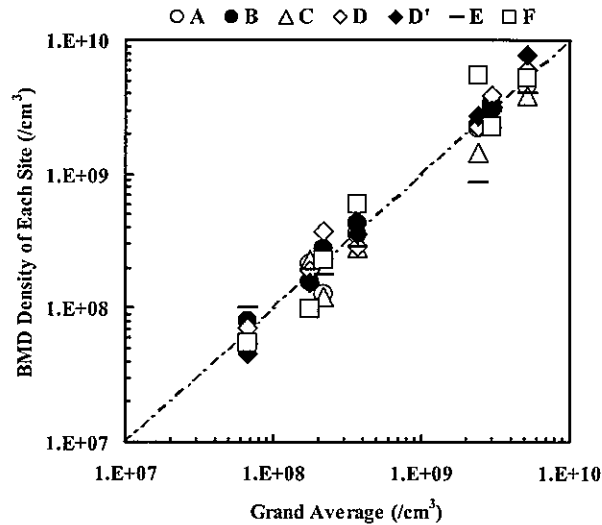
Explanatory figure 2 compares the preferential-etching measurements of BMD densities from each site. There were seven sample variations: three BMD density levels and four DZ widths. The Y axis indicates the three-point average of each site. The X axis shows the average value of all sites for each sample. The dotted diagonal line in the figure illustrates a 1:1 relationship. Almost as planned, the BMD densities ranged from 1×10^8 to $1 \times 10^{10}/\text{cm}^3$. The results indicate the practices for BMD density measurements defined in this standard are sufficiently reliable since no remarkable differences appear between any of the sites. It is interesting to note that site D', which used automated measurement equipment combining a CCD camera and optical microscope, had results consistent with visual examination results. It would appear good measurement conditions were maintained while the equipment was operated.

Explanatory figure 3 gives the laser-scattering tomography measurement results from all sites. The X and Y

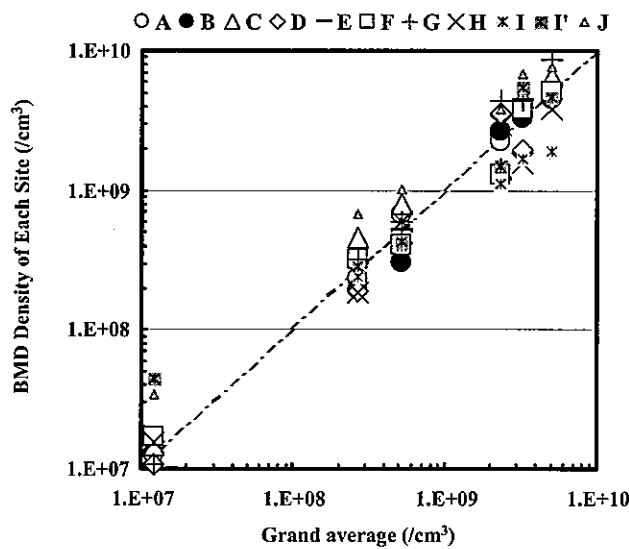
axes have the same meanings as in Figure 2: the three-point average of each site and the average of all sites at each density level.

That site I' used a back-scattering method (scanning infrared microscopy (SIRM)) for its measurements. As with the preferential etching measurements, the results from each site show exceptional consistency.

This indicates the potential for standardizing measurements taken with laser-scattering tomography techniques.



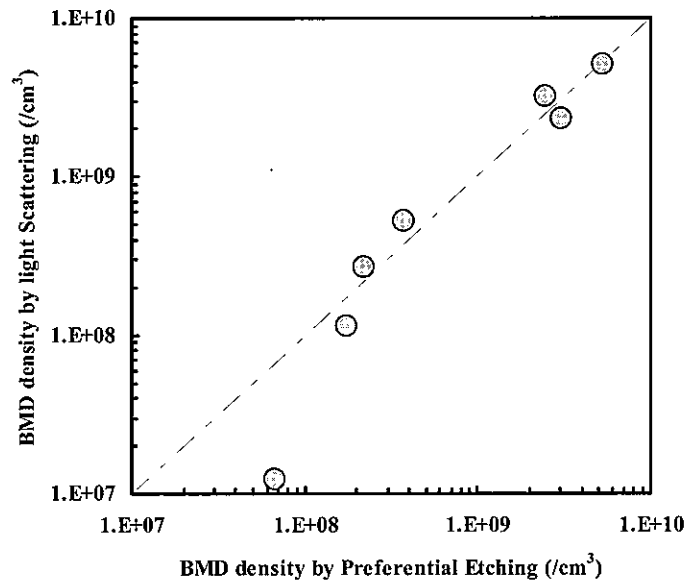
Explanatory figure 2— Comparison of Preferential Etching Measurements at Each Site



Explanatory figure 3— Comparison of Laser-Scattering Tomography Measurements at Each Site

We made a comparison, shown in **Explanatory figure 4**, of preferential etching and laser-scattering tomography from these results. This figure compares the averages of each technique from all measurement sites. The Y axis indicates the BMD densities measured with laser-scattering tomography and the X axis gives the BMD densities measured with preferential etching. This comparison points to a strong agreement between the two methods

and suggests the possibility of standardizing the two concurrently. We also know, however, from this figure that a large discontinuity appears between measurements when BMD densities are extremely low, under $10^8/\text{cm}^3$. This phenomenon is thought to be caused by statistical error, which increases as the measurement area (examination range) gets smaller.



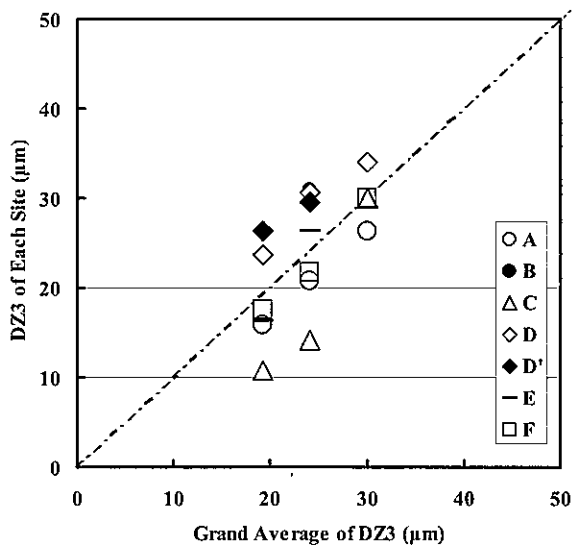
Explanatory figure 4— Comparison of BMD Density Measurements by Light Scattering and Preferential Etching

Measurements are generally taken manually after preferential etching. This means the operator can change the magnification and the viewing area to suit the sample. Conversely, light-scattering methods have fixed viewing areas, which may lead to problems because measurements are not optimized. A similar problem has been projected to occur when measurement conditions are not optimized for extremely high BMD densities (over $1 \times 10^{10}/\text{cm}^3$). Thus, it is recommended that light-scattering measurements be taken while adjusting the examined range in the same way as manual measurements.

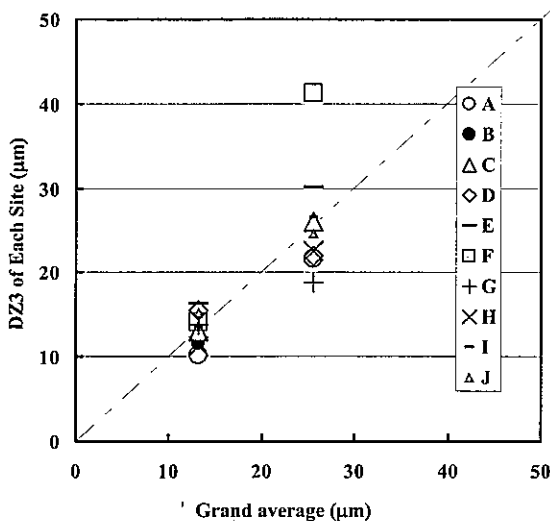
5.3.2 DZ widths

This section describes the DZ width measurements. Although there were four DZ width samples, the sample with a DZ width of $200 \mu\text{m}$ was excluded from the data analysis because its defect density was too low to form a DZ. **Explanatory figure 5** shows the results of the DZ width measurements found with preferential etching. For these measurements, DZ3 - that is, the distance to the third observed BMD from the surface of the silicon wafer - was taken as the DZ width. The Y axis gives the DZ widths measured at each site and the X axis indicates the average value for each sample. The standard deviation between the results from each site was found to be $\pm 6.1 \mu\text{m}$. The reason for this rather large standard deviation is thought to be the considerable effect of variations caused by the position of DZ1 in the wafer, an effect discussed in the body of this standard. Another cause of error was contamination of the examination surface due to repeated handling as the samples were passed from site to site. The variances are believed to be caused by the slight differences in etch pit sizes between sites. The results do show it is possible to classify the samples by their DZ widths.

Examining the same samples with laser-scattering tomography gives the results in **Explanatory figure 6**. In this case, equipment settings or measurement conditions were not specified except where necessary. Consequently, these results indicate the actual operating states of the equipment. Only two sets of data are depicted in this figure. The third sample was omitted because the data exceeded 50 μm . The standard deviation between the results from each site was found to be $\pm 4.9 \mu\text{m}$. We concluded that laser-scattering tomography, as with preferential etching, is capable of classifying different levels of DZ widths.



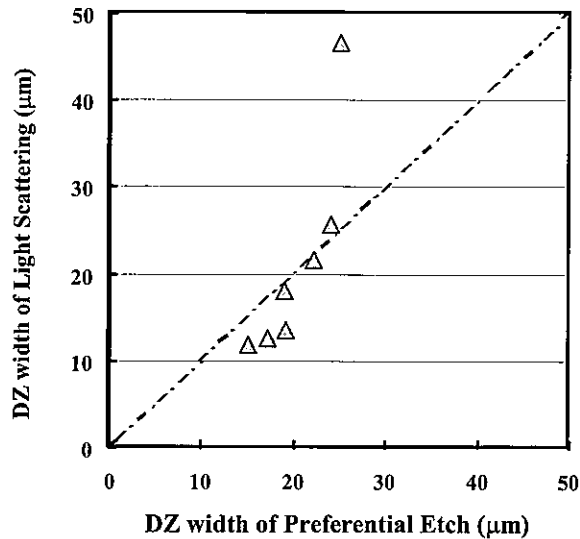
Explanatory figure 5—Comparison of DZ3 Values Found by Preferential Etching at Each Site



Explanatory figure 6—Comparison of DZ3 Values Found by Laser-Scattering Tomography at Each Site

Explanatory figure 7 gives a comparison of the two methods. The graph plots the average values of DZ1, DZ2, and DZ3 obtained with each technique. The results show good agreement over a range of DZ widths from 10 μm to 25 μm . But when the DZ width is wider than this range, the discrepancies grow much larger. While it would be preferable to confirm a correlation between preferential etching and laser-scattering tomography at each site, the

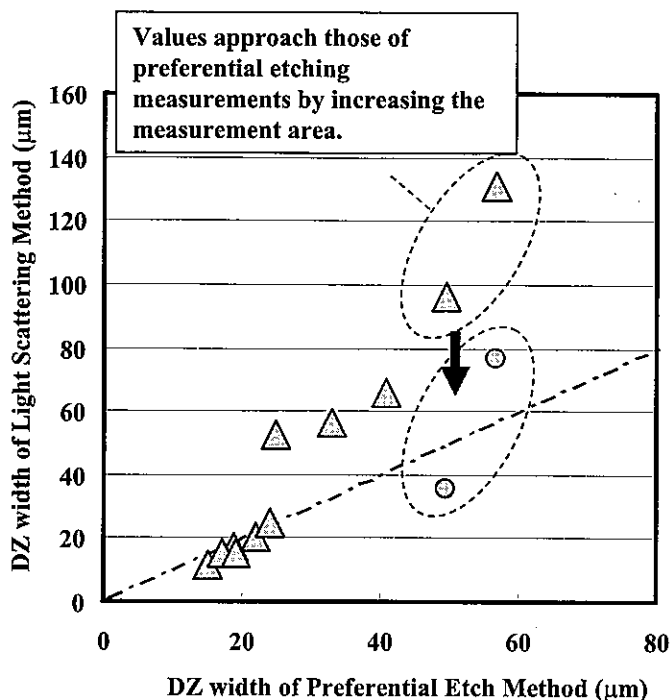
current results still hold out the possibility of concurrent use.



Explanatory figure 7— Comparison of DZ Width Measurements by Light Scattering and Preferential Etching

5.4 Examination Range Effects at Low BMD Densities and Wide DZ Widths

The fewer the BMDs in one view, the larger the positional variance in measurements. This is thought to be the reason behind the irregularities seen in **Explanatory figure 7**. To test this idea, we studied how larger viewing areas with laser-scattering tomography changed the DZ width results. These results are depicted in **Explanatory figure 8**. The correspondence between the two methods was good when the DZ width was 20 μm or less, the typical range for annealed silicon. Still, the range recommended in this standard (40 μm or less) contains non-linearities. But when we increased the number of observed defects by expanding the view window, the values measured by laser-scattering tomography approached those measured by preferential etching (illustrated by the $\Delta \rightarrow \bigcirc$ transition). For reference, the second measurements were taken with a view window of 200 $\mu\text{m} \times 166 \mu\text{m}$, an increase in view from three-times to eight-times. Therefore, results with good agreement between laser-scattering tomography and preferential etching can be obtained by increasing the measurement area when BMD densities are low.



Explanatory figure 8— Changes in DZ Width Measurements as the Light-Scattering Measurement Area is Increased

5.5 Conclusion

The results presented above clarify the following points. BMD density measurements showed encouraging consistency at all sites and good correlation was seen in comparisons of preferential etching methods and laser-scattering tomography methods. From this, we can determine that it is possible to formulate both techniques as standards. We also know it is possible at the present time to sort samples by DZ width measurements. The results, however, indicate that absolute measurements of DZ widths are not sufficiently consistent. Despite this, we determined that standardization of DZ width measurement techniques is possible.

6 Future Issues

6.1 Defining and Determining DZ Layer Widths

Future issues that have been raised are the definition of DZ widths and DZ width measurement methods.

As originally defined, the DZ width is the region of the surface layer in which there are no crystal defects of any kind. The DZ, as referred to in this standard, is a DZ bordered by oxide precipitates (BMDs) that grow larger with heat processing. General-purpose devices require an electrically denuded zone several μm deep. The procedure in this standard is capable of measuring DZ widths that are several times deeper than this requirement. In this context, then, it holds that the demand for highly consistent DZ width measurements in this standard is low, especially in contrast to BMD densities, which greatly influence the ability to trap heavy-metal contaminants. The probability is much higher of tiny voids (vacancy defects), which are hard to eliminate with heat, surviving in the few-μm-deep surface layer of the wafer. But the densities of these defects are roughly $10^6/\text{cm}^3$, a magnitude lower than BMD densities. For this reason, they were excluded from this standard.

Furthermore, the DZ width is truly defined as the position of the first defect (etch pit or light-scattering center)

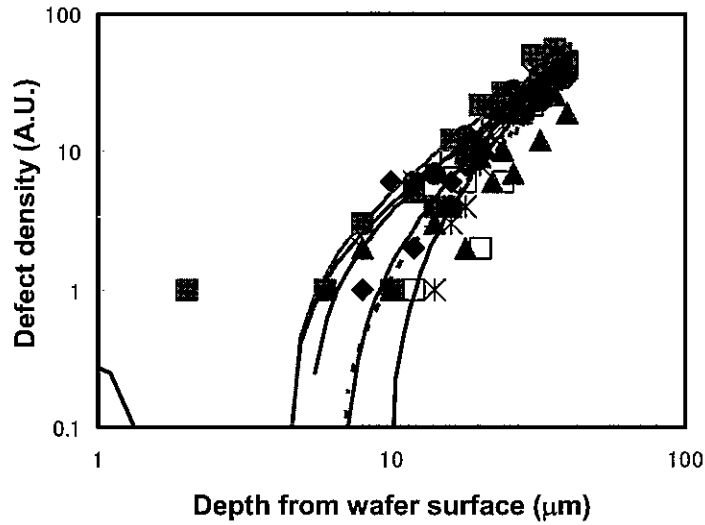
observed from the polished surface. When it comes to determining the DZ width, many in the industry have been making determinations from DZ1 to DZ3 for years. There are also several alternative methods, such as finding the average position from DZ1 to DZ3, but the basic definition is the position of the first observed defect from the polished surface.

Deviations in this first position cause variances in measurements. For instance, DZ width measurements where the BMD density is high are considered to be accurate with either technique. But when the BMD density is low - meaning the DZ is wide - inconsistencies emerge between the techniques.

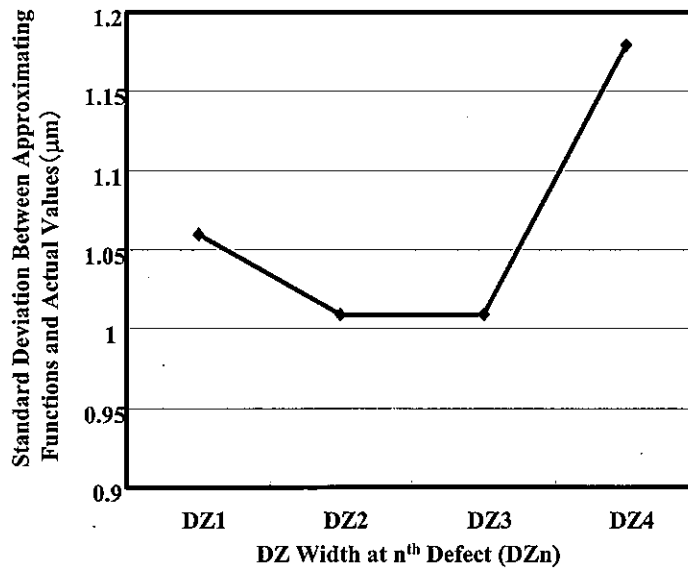
Since this test was the first large-scale test of defect measurements, we were able to discover the realities at each site. From this knowledge, we clarified a number of problem areas. For instance, some questioned if we need to think more carefully about the definition of the DZ width and others were of the opinion that a different reference point should be chosen since the current reference point, the first defect from the surface, is dynamic.

This test exemplified that using DZ3 as the reference point improves the repeatability of measurements. **Explanatory figure 9** follows this logic, illustrating the depth distributions of BMD densities in six silicon wafers with DZ structures. These BMD distributions were approximated with quadratic equations, from which DZ widths were calculated. Next, positions of the first four defects were predicted from the calculated DZ widths. The predicted positions were compared with the measured positions and their standard deviations found. The standard deviations are plotted in **Explanatory figure 10**. The standard deviation at DZ2 and DZ3 is very small. This insinuates that measuring DZ3 is often valid as an alternative to finding distribution functions of defect densities. Putting it another way, this figure tells us the actual position of the first defect shows a great deal of variance with respect to the position predicted statistically from density distributions. We can infer that the reason for this variance is because the defect at DZ1 is a low-density void usually less than $10^6/\text{cm}^3$ in size that wasn't destroyed in thermal processing rather than a BMD oxide precipitate caused by thermal processing. The void was measured because of examination range limitations.

The findings of Inoue et al¹²⁾ are noteworthy. They pointed out that BMD density distributions can be found from light-scattering measurements and that such measurements are free of operator variations. The authors described differences in the detection limits between preferential etching and laser-scattering tomography. They also suggested a way to determine the DZ zone from the BMD density distribution in the bulk. Since the distribution curve drops off as it approaches the surface, the DZ width can be defined as a depth where the distribution curve falls to, for example, $1/e$ or $1/10$ of its peak value. (See **Figure 5** in the standard body.)



Explanatory figure 9— Actual Depth Distributions of Defect Densities and their Quadratic Function Approximations



Explanatory figure 10— Standard Deviations between Actual DZ1-DZ4 Values and Defect Positions Predicted from a Quadratic Function Approximating BMD Density Distributions

This depth, however, is less a real DZ width than a characteristic of the defect layer. We did not cite definitions of this sort in this standard. Nevertheless, we are open to revising the standard if future device-measurement technology development necessitates awareness of this methodology.

6.2 Detection Limit Effects

Our results showed less-than-anticipated measurement differences between preferential etching and laser-scattering tomography. This is likely because the defect sizes are larger in annealed wafers than in as-grown wafers, leading to fewer missed measurements. To clarify this point, BMD sizes and the detection limits of each

method must be known and, where required, the detection limits must be improved. In these round-robin measurements, the average intensity of light scattered by BMDs in the wafers was, relatively, 800K to 5,000K counts. In contrast, the detection limits were in the order of several tens of counts. Given that the intensity of light scattered in laser tomography is proportional to the defect diameter raised to the sixth power, BMD sizes as small as one-tenth of those found in our samples are detectable. Theoretically, these BMD sizes would be in the range of tens of nanometers; however, direct observation of sizes this small are improbably with transmission electron microscopes (TEM). We have read reports¹³⁾ that BMDs can be directly observed by reactive ion etching (RIE).

As devices become smaller, device characteristics are sensitive to even tinier crystal defects. How to measure and control these extremely minute crystal faults has become a big question. Additionally, it has been easy to identify bulk micro defects and denuded zones in the past using preferential etching. But ensuring accurate measurements has become more and more difficult as architectures shrink, even as miniaturization raises the importance of detailed information on crystal defects close to the surface layer of wafers used for device actuation. A future issue that must be tackled is a comparison study of TEM, RIE, and other direct examination methodologies in order to obtain information on crystal defects approaching the light-scattering detection limits.

7 Bibliography

- 1) T.Y.Tan, E.E.Gardner and W.K.Tice: Appl.Phys.Lett. 28, 564 (1976)
- 2) E.Sirtl and A.Adler: Zeitschrift for Metalkunde., 52, 529 (1961)
- 3) F.Secco, d'Aragna: J.Electrochem.Soc., 119, 948 (1972)
- 4) M.Wright: J.Electrochem.Soc., 124, 757 (1977)
- 5) W.C.Dash: J.Appl. Phys., 27, 1193 (1956)
- 6) D.G.Schimmel: J.Electrochem.Soc., 126, 480 (1979)
- 7) K.H.Yang: J.Electrochem.Soc., 131, 1140 (1984)
- 8) S.Nomura,R.Takeda,S.Takasu: J.Electrochem.Soc.,1990 Spring meeting in Montreal, Extended Abstract p430.(1990)
- 9) JIS H 0609-1999: "Test Methods of crystalline defects in silicon by preferential etch techniques", Japanese Standards Association, 1st English Edition (2004)
- 10) K.Moriya,K.Hirai, K.Kashima and S.Takasu, J.Appl.Phys., 66. 5267 (1989)
- 11) K.Moriya and T.Ogawa,: J.J.Appl.Phys 22, L207 (1983)
- 12) N.Inoue, K.Moriya, K.Kashima, R.Takeda, V.Akhmetov, O.Lysyisky and K.Nakashima: in Proc. Of "The 4th International Symposium on Advanced Science and Technology of Silicon Materials" p123 (2004)
- 13) K.Nakashima, Y.Watanabe, T.Yoshida and Y.Mitsushima: J.Electrochem.Soc., 147, 4294 (2000)

Committee member

Managing Committee on Information Technology Standardization

Chairman Naoyuki Ishigaki NEOMAX Co., Ltd.

Silicon Technologies Committee

Chairman	Michio Tajima	ISAS / JAXA
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	Atsushi Ogura	Meiji University
Member	Tetsuo Fukuda	Fujitsu Ltd.
Member	Morimasa Miyazaki	Sumitomo Mitsubishi Silicon Corporation
Member	Yukio Matsumoto	Accent Optical Technologies Co., Ltd.
Member	Kazuto Hirokawa	Ebara Corporation
Member	Kohei Eguchi	MEMC Japan Ltd.
Member	Kenichi Shindo	KURODA Precision Industries Ltd.
Member	Yasuhide Nakai	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Mitsuo Kohno	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Ritsuo Takizawa	Sony Corporation
Member	Moriya Miyashita	Toshiba Corporation
Member	Yoshiaki Matsushita	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Masanori Yoshise	Japan ADE Ltd.
Member	Tomohisa Kitano	NEC Electronics Corporation
Member	Naoyuki Kawai	Renesas Technology Corporation
Member	Keiichi Yoshizumi	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Hiroshi Ohishi	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Hisashi Katahama	Sumitomo Mitsubishi Silicon Corporation
Member	Yasumitsu Ota	Siltronic Japan Co., Ltd.
Member	Eiji Uchida	Oki Electronic Industry Co., Ltd.
Member	Takao Takenaka	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Hisashi Isozaki	TOPCON Corporation
Member	Masaharu Watanabe	SEZ Japan
Member	Hideo Sakai	RAYTEX Corporation

Adviser	Yasuo Tarui	The Takeda Foundation.
Secretariat	Makoto Nakase	Japan Electronics and Information Technology Industries Association
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association
Secretariat	Hideki Sato	Japan Electronics and Information Technology Industries Association
Secretariat	Akira Yoshida	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	Noriaki Takenawa	Accent Optical Technologies Co., Ltd.
Member	Norio Nakamura	MEMC Japan Ltd.
Member	Shingo Sumie	Kobelco Research Institute, Inc.
Member	Kei Matsumoto	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Masaru Shinomiya	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Gen Sakoda	Sony Corporation
Member	Ryuji Takeda	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Shigeaki Saito	Renesas Technology Corporation
Member	Hiroshi Kaneta	Fujitsu Laboratories Ltd.
Member	Kenji Yoneda	Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
Member	Masaharu Watanabe	SEZ Japan
Member	Daisuke Gotoh	Japan ADE Ltd.
Guest Member	Hiroshi Koyama	JEOL Ltd.
Guest Member	Kenichi Kawai	Kawai Standard Consulting
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association.
Secretariat	Hideki Sato	Japan Electronics and Information Technology Industries Association.

Micro-defect Evaluation WG

Chairman	Ryuji Takeda	Toshiba ceramics corporation
Member	Masami Tanaka	Accent Optical Technologies Co., Ltd.
Member	Toru Takahashi	MEMC Japan Ltd.
Member	Satoru Kitagawa	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Katsuhiko Nakai	Siltronic Japan Co., Ltd.

Member	Masahiro Kato	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Toshiaki Ono	Sumitomo Mitsubishi Silicon Corporation
Member	Kazuhiko Kashima	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Kazuo Moriya	Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.
Secretariat	Kenichi Takanashi	Japan Electronics and Information Technology Industries Association.
Secretariat	Hideki Sato	Japan Electronics and Information Technology Industries Association.

Japan Society for the Promotion of Science - F Sub-committee of No. 145 Committee on Crystal Fabrication and Evaluation Technologies (At the time of October, 2004)

Chairman	Naohisa Inoue	Osaka Prefecture University
Secretary	Kazuo Moriya	Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.
Secretary	Kazuhiko Kashima	Toshiba Ceramics Co., Ltd.
Member	Michio Tajima	ISAS / JAXA
Member	Kazufumi Sakai	Kumamoto Prefectural College of Technology
Member	Yasushi Shimanuki	Sumitomo Mitsubishi Silicon Corporation
Member	Nobuhito Nango	RATOC System Engineering Co.Ltd.
Member	Masaharu Watanabe	SEZ Japan
Member	Kazuko Ikeda	NEC Electronics Corporation
Member	Masato Imai	Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.
Member	Ryuji Takeda	Toshiba ceramics corporation
Member	Takao Takenaka	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
Member	Katsuhiko Nakai	Siltronic Japan Co., Ltd.
Member	Kenji Nakajima	Toyota Central R&D Rabs., Inc.
Member	Norio Nakamura	MEMC Japan Ltd.

(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-3508

2005年7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 用

〔 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ください。 〕