

使用定向偏角籽晶拉制 无位错[111]硅单晶*

沙 晶

半导体材料是制造半导体器件的基础，材料的质量直接影响器件的质量和可靠性。器件工艺要求提供超纯无缺陷的晶体。硅单晶中常见的并对器件性能影响较大的缺陷就是位错。因而硅单晶的控制中很根本的一条，就是要求无位错。

拉制无位错或低位错[111]硅单晶，现时普遍采用达什(W. C. Dash)早年阐明的正[111]晶向籽晶缩颈技术^[1]。

我们研究和应用了向特定方向偏离一定角度的[111]定向偏角籽晶，配合适宜的温场和拉晶参数，在国产TDK-36AZ单晶炉上稳定地拉制出无位错[111]硅单晶，并已确定了工艺，投入了批量生产。投料800克，无位错单晶成品率一般在65—70%，较好的在80%以上。

一 定向偏角籽晶

我们应用的籽晶是向着[001]偏离 3° — 8° 的

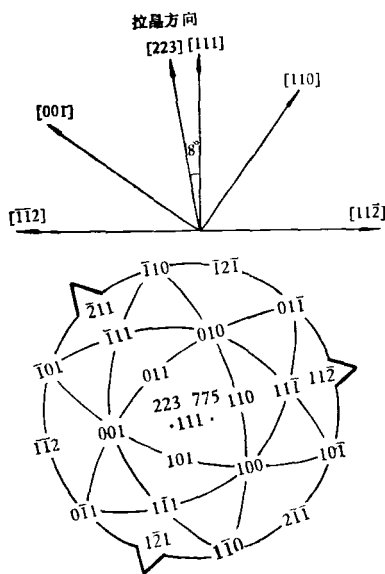


图1 籽晶晶向示意图及极射赤面投影图

[111]定向偏角籽晶，经晶体几何理论计算偏离 8° 的籽晶的晶向为[223](图1)。

用[111]硅单晶制备[223]定向偏角籽晶的方法如下：

1. 在光学定向仪上，判定[111]单晶的(111)断面并将此断面对准光学定向仪的光源；
2. 以顺时针方向旋转光学定向仪的样品台于 8° 位置；
3. 转动单晶，使三个反射光瓣的方向与正[111]晶向的光图重合，并将单晶在此位置粘牢；
4. 将单晶装在内圆切片机上切割，此时切片机的样品架置于 0° 位置，进刀方向正对三条晶棱中的一条而与另外两条晶棱的中心相背，而切得厚4—4.5mm的大片(图2)。而后翻转 90° ，再以准确的[111]方向切得方形籽晶。

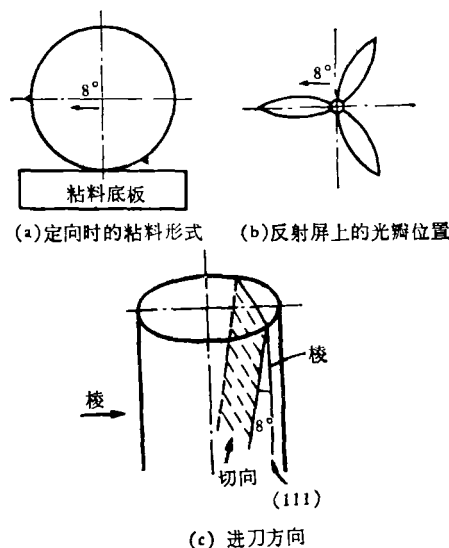


图2 籽晶定向切割方法

* 1974年4月3日收到。

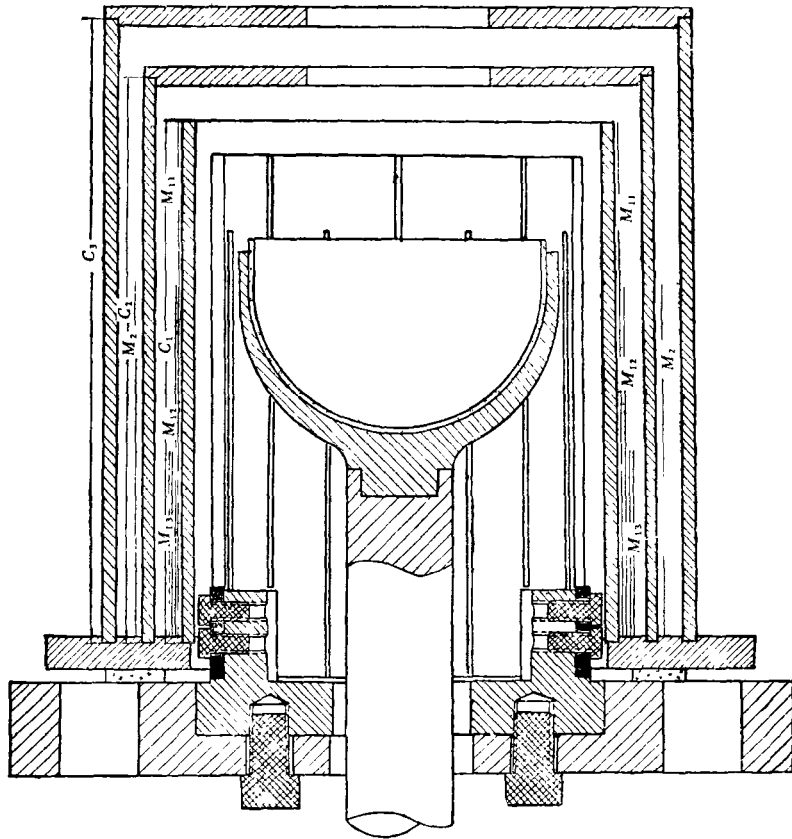


图3 实际应用的热系统

二 温 场

除了上面谈到的应用定向偏角籽晶外,还必须有一个与之相应的合适的热系统并配合以适宜的拉晶参数(主要指起拉位置、晶升速度、坩升速度、晶转速度、坩转速度等),这是一个多因素的、十分复杂的问题。目前,我们主要是在实践中总结经验,逐步调整,以得到一个纵向温度梯度较大、径向温度梯度较小的温场,

表1 热系统数据及拉晶参数

投料量(克)	800	中钼罩 M_2 厚度/高度(mm)	0.1/120
内层石墨罩高度 (mm)	198	晶体直径 ϕ (mm)	34~40
中层石墨罩高度 (mm)	220	晶体转速(转/分)	~18
外层石墨罩高度 (mm)	240	坩坩转速(转/分)	~8
内钼罩 M_{11} 厚度/高度(mm)	0.1/198	晶升速度(mm/分)	~2
内钼罩 M_{12} 厚度/高度(mm)	0.1/118	坩升速度(mm/分)	~0.15
内钼罩 M_{13} 厚度/高度(mm)	0.1/70	起拉位置(mm)	-35

注 (1) 流动氩气流量 2 升/分(医用氧气表读数)
(2) 起拉位置是指石墨坩坩上口低于加热器上口的距离。

使结晶前沿趋于平坦,减少应力,不产生新的位错。图3给出了实际应用的热系统图,表1给出了热系统数据及拉晶参数。

在生产实践中,对于产率高的热系统进行了热系统温度分布的测定。用钨 95%—铈 5% 及钨 80%—铈 20% 组成钨铈热电偶,将热电偶缚在籽晶杆上,测定纵向温度梯度,将热电偶缚在掺杂勺上,测定径向温度梯

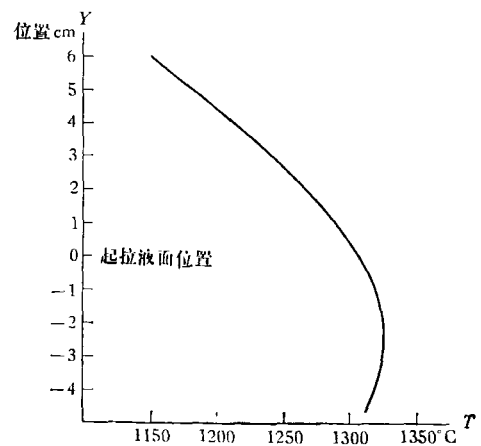


图4a 静态热系统的纵向温度曲线

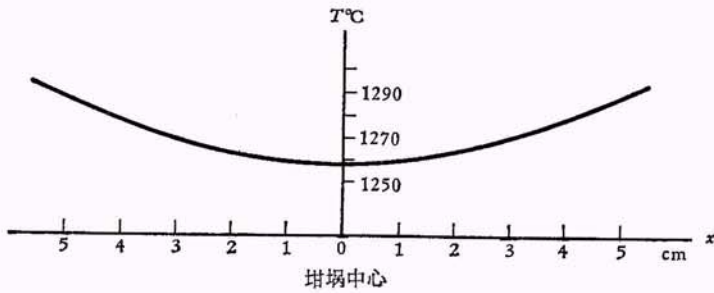


图4b 静态热系统的径向温度曲线

度。

静态热系统(不投料、无晶转、无坩转)的纵向温度曲线及径向温度曲线如图4所示。硅晶体生长前沿部位的纵向温度梯度 $\frac{dT}{dy} \approx 14^\circ\text{C}/\text{cm}$, 径向温度梯度 $\frac{dT}{dx} \approx 4^\circ\text{C}/\text{cm}$ 。

我们主要是依据拉晶现象和静态热系统的温度梯度数据来调整热系统和拉晶参数的。一般地说,不易成晶,易转双晶,易转为[III]反向生长,无位错特征过早消失,坩边易结晶,晶体易出叉等现象,是纵向、径向温度梯度小的表现;而易成晶,不易出现无位错特征,出现星形结构位错,不易反向生长,坩边不易结晶,晶体不易出叉等现象,是纵向、径向温度梯度大的表现。

增加盖板层数,降低盖板高度,减小盖板孔径,降低保温罩高度都可降低纵向温度梯度;增加保温罩层数,加厚石墨坩埚,都可以降低径向温度梯度。当拉晶液面在加热器高温区中心线以上时,适当降低坩埚位置,可同时降低纵向和径向温度梯度。

改变拉晶参数就改变了热交换条件,加快拉速,加快晶体转速,放慢坩埚转速,都可以使晶体生长前沿趋于变凹。

三 拉晶工艺及无位错单晶的外形特征

依据数字集成电路、线性集成电路等半导体器件对硅单晶材料的技术要求,我们在流动氩气气氛下,用

$\phi 114 \times 75\text{mm}$ 石英坩埚拉制N型(掺磷 $\rho 1-5 \Omega \cdot \text{cm}$ 、 $\phi 40\text{mm}$)和P型(掺硼、 $\rho 7-15 \Omega \cdot \text{cm}$ 、 $\phi 35\text{mm}$)无位错[111]硅单晶。

使用[223]晶向的籽晶高于熔点的温度接触熔体后,用一般拉速(不要求快拉)引一段颈(不要求长细颈)即可放肩,肩生过程中可看到两条常见的晶棱,另一条晶棱部位光圈变粗,晶体上有明显的横向条纹。收肩后两条晶棱继续生长,另一条晶棱部位的弧形条纹转为一“宽面”,“面”宽大多是3—10mm,“面”

的表面有直线横纹,有的部分呈光亮的平面(图5),这种单晶俗称“两棱一面”单晶。

经 Sirtl 化学腐蚀法(50%CrO₃水溶液:HF=1:1,体积比)及X-射线形貌术检验,证明凡具有“两棱一面”特征的单晶均为无位错单晶。这种“两棱一面”无位错特征是与玉井肇^[2]描述过的无位错[111]硅单晶的外形特征一致的。

“两棱一面”单晶生长时在尾部发生转向,转向时出现一横截斜面,此面与(111)面相当。“宽面”到截面终止。无位错特征随之消失,晶体转为有位错单晶或多晶。在横截斜面上1—2cm处晶体出现转向时传播上去的位错。

在拉晶操作中,我们就是根据上述特征外形的出现、延续以及转向等现象来判断和控制无位错单晶的生长、变化并进行温场调整的。只要温场和拉晶参数选择合适,采用定向偏角籽晶就能稳定地拉制出无位错的“两棱一面”单晶,即使采用表面损伤严重的高位错($\sim 10^4/\text{cm}^2$)籽晶,在颈不细($\phi 4-5\text{mm}$)、不长(8—10mm)、一般引颈速度(1—2mm/Min)的情况下,就可排除籽晶上的位错而得到无位错单晶(图7)。其他如放肩角度大、直径突变、剧烈的机械振动、热冲击、拉速多次突然变化(图8)都不足以破坏无位错单晶的生长。但是,当温场不合适时,这些因素却恰恰成为转向的外因条件,有时甚至在察觉不出上述外界条件变化时,转向就发生了。所以,我们在拉晶中,还是尽量设法防止外界条件的变化和干扰。



图5 “两棱一面”单晶外形



图6 “包单晶”外形

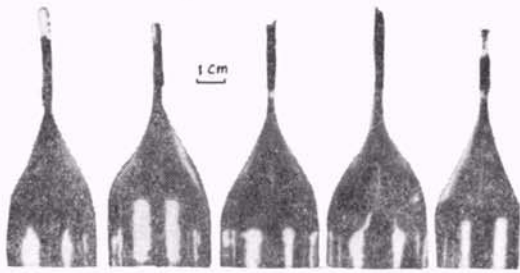


图7 没拉长细颈得到的无位错硅单晶

我们还使用过向着 $[110]$ 偏离 $3^\circ-8^\circ$ 的定向偏角籽晶(偏 8° 的籽晶为 $[775]$ 取向),拉出了三条晶棱一个包的无位错“包单晶”(图6)。

从单晶工艺、单晶切割及器件工艺等方面的因素考虑,上述两种特征外形的无位错单晶中,我们以生产“两棱一面”无位错单晶为主。考虑到外延生长中埋层图形畸变与晶体结构对称因素相关^[4],我们还生产部分“包单晶”。

四 关于生长机理问题

考察了许多从熔体中突然提起的具有“两棱一面”特征的无位错晶体的肩部、中部和尾部的生长前沿,注意到生长前沿平坦而微凹,且在“宽面”一侧有一个 (111) 小平面(图9),生长前沿呈“雁形”(∩)。

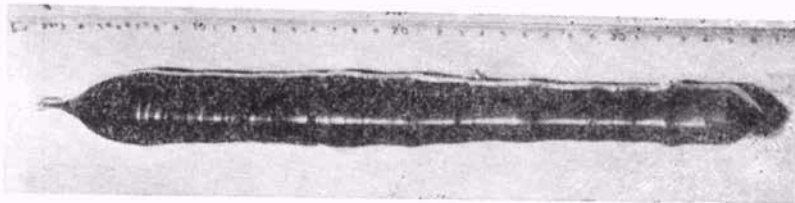


图8 拉速多次突然变快,晶体外形呈竹节状,未影响无位错单晶生长

当使用正 $[111]$ 籽晶生长晶体时,首先在 (111) 面的三面角区成核,遵循生长阶机构,沿 $[111]$ 一个方向生长晶体。当使用 $[111]$ 定向偏角籽晶生长晶体时,首先在过冷度最大的 (111) 小平面的上端(A点)成核,并迅速长成 (111) 小平面(AB),同时, (111) 晶面在晶体表面留下一条横的线迹,许许多多倾斜的、叠合的 (111) 晶面在晶体晶棱部位留下一条宽的面迹^[3,4]。晶体的另一种生长是沿生长轴方向即 $[223]$ 晶向生长(BC),它可以视为许许多多倾斜的 (111) 平面的延伸和扩展。整个晶体呈“∩”形生长。

注意到,在拉晶过程中 (111) 小平面与晶体“宽面”特征是同生同灭的。看来定向偏角 $[111]$ 无位错单晶体的生长是与 (111) 小平面的存在和生长休戚相关的。关于小平面与位错的关系有过报导^[5],尚未完全清楚。

我们认为,使用定向偏角籽晶拉制无位错 $[111]$

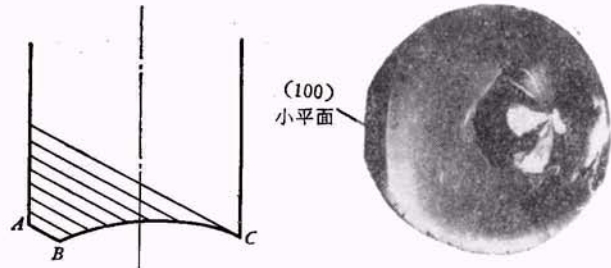


图9 生长机构示意图(照片中的突起物是将晶体突然从熔体中提出时带起的硅料)

硅单晶的生长机理是一个目前尚不明瞭,还有待继续研究、探讨的问题。

五 讨 论

与达什缩颈技术相比较,我们认为使用定向偏角籽晶工艺拉制无位错 $[111]$ 硅单晶有以下特点:

1. 不需要快拉缩颈、慢放肩、缓收肩等严格工艺,抗振动、抗热冲击的能力强。无位错单晶的成晶率、成品率都较高。

2. 在控制晶体过程中,操作人员就能依据晶体的特征外形判断晶体有无位错,并用来指导拉晶操作和温场调整。

3. 由于使用了定向偏角籽晶,使晶体内 (111) 小平面移至晶体边缘,因小平面效应引起的晶体径向的各种不均匀性,也随之移向边缘。

由于上述原因,这种定向偏角籽晶工艺得到拉晶者的欢迎。两年多来,我们采取这种定向偏角籽晶工艺成批地生产了大量的无位错 $[111]$ 硅单晶,

供应集成电路生产线使用。

参 考 文 献

- [1] Dash, W. C., *J. Appl. Phys.*, 30 (1959), 459.
- [2] 玉井寧,《电子材料》, 4 (1971), 34.
- [3] Ciszek, T. F., *Semiconductor Silicon*, (1969), 156.
- [4] Ciszek, T. F., *J. Electrochem. Soc.*, 120 (1973), 799.
- [5] Cockayne, B., Roslington, J. M., *J. Matls. Sci.*, 8 (1973), 601.
- [6] Townley, Q. O., *Solid State Tech.*, 16 (1973), 43.