

成長停止中に融液加熱で発生する格子間シリコンの観察

Silicon Interstitials induced by Over Heated Melt during Pulling Stop of CZ Silicon Crystals

○阿部 孝夫¹、高橋 徹¹、白井 光雲² (1. 信越半導体、2. 阪大産研)

○Takao Abe¹, Toru Takahashi¹, Koun Shirai² (1. ShinEtsu Handotai, 2. ISIR, Osaka Univ.)

E-mail: takao.abe@seh.jp

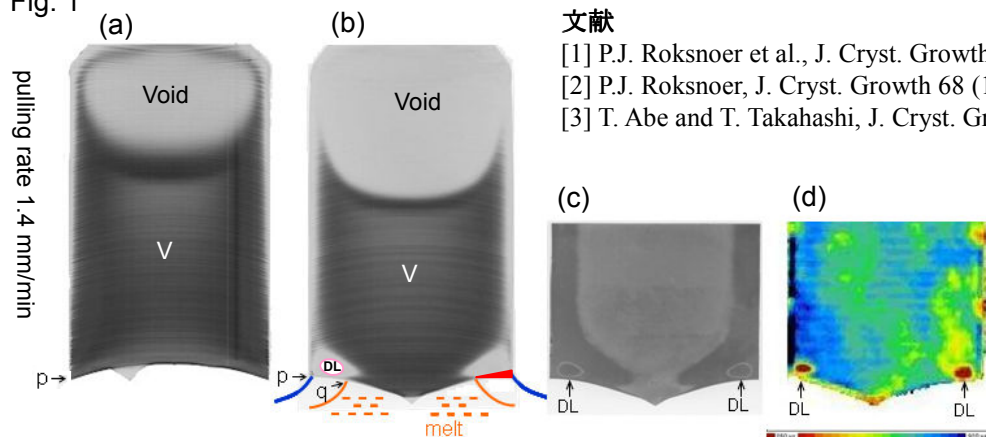
1. はじめに シリコン単結晶の成長中に点欠陥の凝集した 2 次欠陥が観測出るので、我々は真性点欠陥の空孔(V)と格子間シリコン(I)が成長中に発生していることをはじめて認識出来る。しかし、それら点欠陥が何時、どの場所で発生し、再結合し、凝集したかを知る必要がある。Roksnoer ら[1,2]や我々の実験結果[3]では、成長している限り、成長界面は常に V であり、I は成長界面から離れた場所で発生する[2,3]。これは結晶成長とは無関係に、熱応力が発生したことに原因があると考えられる。本実験でこの事を明確に示すために、成長が終了した結晶を再加熱して、I が発生することを示す。成長中ではなく、後加熱により I が発生することは既に Roksnoer により報告[2]されている。

2. 実験方法と結果 CZ 法で直径 100 mm の結晶を引き上げ速度 1.4 mm/min で A と B の 2 本の結晶を引き上げた。これらは引き上げ途中で、A 結晶は図 1(a)下部 p 点に達した時、融液から切り離して、急冷した。B 結晶は切り離す前に引き上げを 30 分間停止し、同時にヒータパワーを引き上げ時の 15%増加し、融液温度を上昇させ、その 30 分後に融液から切り離した。サンプルウエーハはそれらの結晶の中心部から約 1 mm の厚みで成長方向に縦割りして得られた。結晶内の V と I の分布を鳥瞰図的に観察できる 800°C, 3hrs + 1000°C, 16hrs in Ar の熱処理後の X 線トポグラフが図 1(a)と(b)であり、図 1(c)は B 結晶の下部ウエーハの銅デコ後の X 線トポであり、図 1(d)は as grown ウエーハのライフタイム(WLT)である。図 1(a)の A 結晶では高速引き上げのため成長界面の形状は融液に対して凹界面である。成長界面には常に V が含まれているので、この結晶は V 優勢であることを黒いコントラスト(AOP 現象)が示している。しかし、結晶の上部では V が凝集して Void を形成し、白いコントラスト領域が形成された。B 結晶の図 2(b)では 30 分間の引き上げ停止により、Void 領域が下部に大きく拡張した。

3. 考察 30 分間の引き上げ停止により、結晶には高温物質の上昇が無く、冷却されるのみなので図 1(b)の右下に模式的に青色で描いたメニスカスに沿って成長が進んだ(105 φ → 115 φ)。一方、融液に対する加熱効果は 15 分後に現れ、今度はメニスカスに沿って成長した部分が再融解して 115 φ → 105 φ の直径に戻る。しかし、周辺部に対して成長界面の中心部で成長が大きく進んでいることが、成長界面の形状が図 1(a)の凹形状から図 1(b)の凸形状に変化したことによって理解される。つまり停止時間が長いと冷却効果が中心部に集中することを示している。引き上げ速度停止と同時に融液の加熱開始後 30 分後に結晶を融液から切り離した試料を観察すると図 1(b)になる。模式的に示す右側界面下部の赤色部分の再融解の過程で結晶は加熱されて、熱応力によって I が発生する。先ずこの I は V と再結合して灰色のコントラストの再結合領域を形成するが、再結合しても過剰に発生した I が模式的に赤○でしめす転位ループ(DL)領域を形成する。この領域が DL 領域であることは IOP + AOP 熱処理後の X 線トポで灰色のコントラストを形成し、かつ図 1(d)の WLT map で低い値の茶色の分布によって理解できる。

4. 結論 I の発生は結晶成長には直接関係は無く、結晶に温度勾配を与え、そこで発生する熱応力を I の発生によって熱応力を緩和した結果である。(Poster session では新しい結果も使い詳しく説明する。)

Fig. 1



文献

- [1] P.J. Roksnoer et al., J. Cryst. Growth 53 (1981) 563
- [2] P.J. Roksnoer, J. Cryst. Growth 68 (1984) 596
- [3] T. Abe and T. Takahashi, J. Cryst. Growth 334 (2011) 16.