

急冷と徐冷の熱シールドを使った

融液からの切り離しによる Si CZ 結晶成長中の欠陥分布の観察

Observations of the defect distributions in Si-CZ crystals detached from the melt
using the rapid cooling and the slow cooling heat shield

信越半導体¹, 阪大産研² °阿部 孝夫¹, 高橋 徹¹, 白井 光雲²

ShinEtsu Handotai¹, ISIR, Osaka Univ.², °T. Abe¹, T. Takahashi¹, K. Shirai²

E-mail: takao.abe@seh.jp

Si 結晶の酸素析出によって導入された積層欠陥のリング状分布 (R-OSF) は空孔 (V_s) リッチな領域と格子間原子 (I_s) リッチな領域の境界 (V_s/I_s 境界) に沿って形成されると考えられていた(注: しかし、現在この境界はその欠陥分布の配置から V_s と I_s が再結合 (R_c) したほとんど欠陥のないバンド状の領域 (R_c 領域) との V_s/R_c 境界と見做されている)。この R-OSF バンドの形成位置の結果から、R-OSF バンドの形成は Voronkov による V_s/I_s の境界を決定する criterion $v/G_i = \xi$ [1] によって決まると考えられてきた。ここで v は成長速度、 G_i は成長界面での結晶の温度勾配である。そのため、通常 R-OSF バンドの形成は成長界面近く ($<10\text{mm}$) の条件で決定されたと考えられてきた[2,3]。また、この R-OSF の形成条件は Si 結晶の欠陥分布を拡散モデルで simulation するための各欠陥の拡散係数、熱平衡濃度等の重要なパラメータを決めるフィッティング条件となっている。しかし、従来の R-OSF の観察は尾部コーンまで形成され、結晶が十分焼鈍された通常の生産と類似した最終的な状態で R-OSF バンドや $V_s/I_s(R_c)$ 境界を観察していた。特に、R-OSF の形成が欠陥分布のどのような時間変化を経て形成されるかを詳細に観察した結果はほとんど知られていない。今回、我々は 1) 結晶内の温度分布が異なる二つの炉内構成 (急冷と徐冷シールド) と、2) 引上げ速度を結晶長に比例して 1.4 から 0.5mm/分まで減少させる引上げの漸減成長法による結晶を成長途中で切り離し、急冷することで結晶内の欠陥分布を凍結させ、また、3) 結晶長だけを変えた同一の成長条件と 2) の条件を組み合わせることで各 3 本の結晶を引上げた。また各残り 1 本は尾部コーンまで成長し、切り離し結晶の分布と比較し、欠陥分布の時間発展を詳細に調べた。その結果、 V_s/I_s 境界は、成長している間成長界面からほぼ一定濃度で導入される V_s リッチな領域を引上げ中に成長界面から少し離れた外周近くで発生したトラス状の I_s リッチ領域が時間とともに再結合を繰り返しながら拡大するため時間とともに変化ことを見いだした。この再結合は、結晶内の位置から結晶中心付近で 1000°C 近くの低温まで続き再結合が終了したとき、はじめて最終的な V_s/I_s 境界が形成されることが分かった。また、 V_s/I_s 境界は両シールドで形成されるが、 I_s リッチな領域の発生は急冷シールドの方が 80 分以上速かった。また R-OSF バンドは急冷シールドでは発生するが徐冷シールドでは発生しないことが示された。両シールドで V_s/I_s 境界は形成されるが、R-OSF リングは急冷シールドだけで発生するという結果は、Voronkov の criterion で R-OSF バンドの形成が決定されるという考えの再検討が必要であることを示している。また、筆者らは、成長界面の平衡濃度は V_s リッチであるとする従来の仮定に対して、引上げを停止した界面では再結合領域のような V_s が検出できない領域が存在できることを実験的に示した[4]。さらに白井らは結晶成長による mass transfer を考慮した解析の結果、FEMAG の結晶内の温度分布の simulation に使われている Dupret ら[5]の結果と異なり成長界面近くの温度勾配が引き上げ速度に反比例して増大することを示した[6]。これらの結果は基本的に結晶内の温度分布に基づく熱応力を考慮する必要があることを示しているように思われる。

[1] V.V. Voronkov, J. Cryst. Growth 59 (1982) 625, [2] E. Dornberger et al. J. Electrochem. Soc. 143 (1996) 1648. [3] T. Sinno et al. ibid. 145 (1998) 302. [4] T. Abe et al. J. Cryst. Growth 459 (2017) 87. [5] F. Dupret et al. *Int. J. Heat Mass Transfer* 33, 1849 (1990). [6] K. Shirai et al. J. Cryst. Growth, 351(2012) 141.