

1 Si 融液から切り離した結晶中の点欠陥分布の観察(1)

Observation of Point Defect Distributions in Detached CZ Si Crystals from Melt (1)

—DLTS による各優位領域の空孔濃度—

-Vacancy Concentrations in each predominant defect regions measured by DLTS-

信越半導体¹, 阪大産研² °阿部 孝夫¹, 高橋 徹¹, 白井 光雲²Shin-Etsu Handotai¹, ISIR, Osaka Univ.², °T. Abe¹, T. Takahashi¹, K. Shirai²

E-mail: takao.abe@seh.jp

1. はじめに 融液成長している結晶中の点欠陥の振る舞いは Voronkov の拡散モデル(1982 年)[1]で説明できると考えられてきた。しかし、筆者らの一人はこの拡散モデルが結晶内の温度分布によって形成される熱応力を全く無視している事に疑問を持ち、FZ 法で成長中の表面の温度分布を測定し、成長速度(v)を小さくすると温度勾配(G)は大きくなることを翌年報告した[2]。その後 Dupret らの simulation の境界条件は我々の実験結果とは反対に v を小さくすると G も小になるように設定されている[3]。さらに Ammon らは成長速度の漸増と漸減によって発生する R-OSF バンドの形成が成長界面からの Vacancies(V_s)と Interstitials(I_s)の拡散によって決まる V_s/I_s 境界に形成されると仮定して、Voronkov の拡散モデルと Dupret らの simulation を用いて点欠陥の諸熱パラメーター[4]を決定して、それらの手法による simulation が商用化されている。しかし、我々は結晶の切り離し急冷により点欠陥を凍結する方法により、成長停止した固液界面に V_s も I_s も含まない再結合領域が存在する事を見出し、固液界面は熱平衡で V_s 優勢であるとしたこの Voronkov の拡散モデルに第 1 の疑問を提示した[5]。さらに上記に述べた R-OSF バンドが V_s/I_s 境界であるとの仮定は R-OSF バンドが酸素析出を伴う現象であり、1000℃以下の領域でしか発生しないことから、拡散モデルに対して第 2 の疑問を提示した[6]。我々の点欠陥分布の同定方法は成長中の結晶を融液から切り離し、急冷した後、試料ウエーハを切り出し、IOP(800℃、3 時間)+AOP(1000℃、16 時間)の熱処理後に X 線トポ (XAOP と呼ぶ)の白黒コントラストにより、再結合領域(Rc)、転位ループ(DL)領域、孤立した V_s が作るつくる黒色の V_s 領域とそれが凝集してつくる Void 領域を検出する方法である。

2. 試料と測定方法 測定には引き上げ速度 1.4mm/min(1.0mm/min 以上で V_s 優勢)一定で直径約 104mm、長さ 200mm まで成長させ、その後引き上げ停止して 120 分間後に融液から切り離した結晶の as grown 縦割りウエーハを用いて行われた[5]。測定方法は Zimmermann ら[7]により報告された Pt 拡散法で、先ず試料表面に Pt を含む溶液を塗布して N_2 雰囲気中 650℃で 7 時間の熱処理により Pt を拡散させ、DLTS により pt 準位濃度を測定する方法である。空孔濃度はこの pt 準位濃度の約 3 倍である。

3. 実験結果 図 1 に熱処理後の X 線トポ (XAOP) と DLTS による Pt 数密度の測定結果を示した。XAOP の左側は固液界面で、液滴が白いコントラストを持っている。引き上げ方向に進むに従って、コントラストから分かる幾つかの点欠陥の優勢領域が見られる。上部のは XAOP に対応する Pt 準位数密度である。

4. 考察と結論 これまで融液からの切り離し結晶について、凍結された空孔濃度によって異常酸素析出(AOP)の程度が異なり、XAOP の白黒のコントラストが決定されると解釈して来たが本 DLTS の測定結果はその解釈をより定量的に証明していると考えられる。Melt Drop 中は酸素濃度が低いため XAOP では黒いコントラストは得られないが、 V_s 濃度が V_s 領域中よりも 1 桁高濃度である。 V_s 領域中では V-O 結合により V_s の濃度低下になったと考えられる。本講演では V_s 濃度の定量測定が可能な DLTS 法を用いて各領域の Pt 数濃度を測定した結果を報告する。

文献 [1] V.V. Voronkov, J. Cryst. Growth, 59(1982) 625. [2] T. Abe et al., Physica 116B (1963) 139. [3] F. Dupret et al., Int. J. Heat Trans.,33.1849 (1990). [4] W. Von Ammon et al., J. Cryst.

Growth, 151 (1995) 273. [5] T. Abe et al., J. Cryst. Growth, 458 (2017) 87. [6] 阿部孝夫外、応物関係連合講演会(2018 秋)19p-131-2. [7] H. Zimmermann et al., Appl. Phys. A55 (1992) 121.

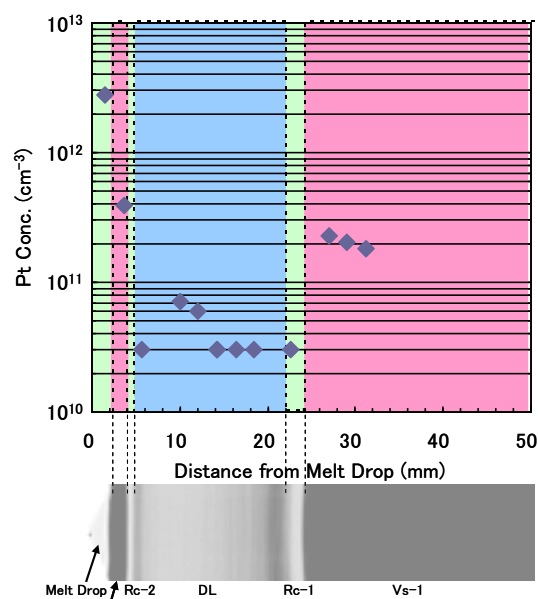


図1. 結晶中のPt濃度分布(上)とXAOP(下)