



中华人民共和国国家标准

~~GBn 266-87~~

YS/T 209-1994

硅材料原生缺陷图谱

1987-06-25 发布

1988-03-01 实施

国家标准局 发布

硅材料原生缺陷图谱

本标准规定了硅多晶、单晶、切磨抛片和外延片等硅材料的各种原生缺陷及其密切相关的某些诱生缺陷的形貌特征。

本标准适用硅多晶、单晶、切磨抛片和外延片等硅材料生产研究中各种缺陷的检验。硅器件、大规模和超大规模集成电路的生产研究也可参考本标准。

本标准中所用图(片),请见中国有色金属工业总公司标准计量所所印制的照片。

1 硅多晶结构的不完整性

1.1 多晶的外观形态

由三氯氢硅(SiHCl_3)或四氯化硅(SiCl_4)氢还原法和硅烷(SiH_4)热分解法生长的硅多晶,表面致密度和晶粒大小,因生长条件的差异有所不同(见图1~8)。一般来讲,沉积速率过快,温度过高,易造成颗粒粗大。

1.2 温度圈

1.2.1 特征

硅多晶横断面上,晶粒呈枝蔓状或径向辐射生长(见图9~11)。但有时可以观察到以硅芯为中心的年轮状结构,称为温度圈(见图12~16)。它是由于结晶致密度(指 SiHCl_3 或 SiCl_4 氢还原法)、晶粒大小不同或颜色的差异而形成。严重的温度圈易形成疏松的夹层。

1.2.2 产生原因

氢还原或热分解反应过程中,较大幅度的温度波动,使硅棒表面气相沉积速率不同所致。

1.2.3 对单晶制备的影响

严重的温度圈因为形成疏松夹层,在其内部容易存在气泡和携带杂质,给单晶制备前多晶料的清洁处理带来困难,并成为单晶中杂质的污染源。特别是生长区熔单晶时,会使熔体产生抖动,严重时还会发生硅跳,影响晶体正常生长。

1.2.4 消除方法

严格控制硅多晶生长时的反应温度,一般 SiHCl_3 、 SiCl_4 氢还原和 SiH_4 热分解法的反应温度应分别控制在 $1050\sim 1150^\circ\text{C}$ 、 $1100\sim 1150^\circ\text{C}$ 、 $800\sim 850^\circ\text{C}$ 为宜。温度波动最好不超过 $\pm 20^\circ\text{C}$ 。此外,在 SiH_4 热分解反应中,还应控制好气体的流量。

1.3 氧化夹层

1.3.1 特征

氧化夹层的特征与温度圈相似,呈同心圆层状结构,并以氧化硅为界限。由于氧化程度的不同,氧化硅的颜色可能呈灰白色、棕黄色或深褐色等(见图17~19)。

1.3.2 产生原因

反应气体或反应系统中,残留有较多的水分或空气,高温下发生氧化反应,生成的氧化硅附着于硅棒表面,随后在被氧化的表面上继续生长硅多晶,形成了氧化夹层。

1.3.3 对单晶制备的影响

在区熔或直拉法生长硅单晶之前,多晶的酸洗清洁处理,不能彻底将氧化夹层腐蚀掉。晶体生长时,由于氧化硅的熔点高于硅的熔点,因此在硅熔体上易形成浮渣,在区熔法生长单晶时,往往飘浮在固液界面附近的熔硅表面,使单晶生长无法进行。

1.3.4 消除方法

严格控制还原用氢气的含水量，保证使露点低于 -50°C ，氢气的含氧量应小于1ppm。反应系统要有良好的气密性，无漏水、渗水现象。开炉前应将系统干燥，把残留空气驱除干净。

1.4 裂纹

1.4.1 特征

硅多晶棒表面或横断面上可以观察到裂纹（见图20~23）。

1.4.2 产生原因

还原反应过程中，如果硅棒的中心和边缘之间的温度差过大，就会产生较大的热应力而引起裂纹。特别是生长大直径的硅棒时，裂纹现象更容易产生。此外，反应结束时降温速度过快或在反应过程中突然断电都可能引起裂纹。

1.4.3 对单晶制备的影响

与温度圈的情况类似，清洁处理时，不易将夹带的杂质彻底清除掉，因此直接影响到硅单晶的质量。在区熔法生长单晶时，往往导致“掉熔区”，使晶体生长过程被迫中止。

1.4.4 消除方法

直径较小的硅多晶棒，只要反应结束时降温速度较慢，防止中途断电，一般不会发生裂纹。大直径硅棒应考虑反应炉内壁抛光，应用石英钟罩等办法，减小反应系统内的温度梯度，可以防止裂纹现象。

1.5 夹杂物

1.5.1 特征

硅多晶中含有非硅元素或化合物的颗粒状物质称为夹杂物。应用电子探针和透射电子显微镜分析，发现硅多晶中有 α -SiC和 β -SiC夹杂物，尺寸从几个微米到 $30\mu\text{m}$ （见图24~28）之间。在 SiH_4 法生长的硅多晶中，除SiC夹杂物外，还可能有 Si_3N_4 夹杂物。

1.5.2 产生原因

当反应气体中含有 CH_4 、 CO 、 CO_2 、 NH_3 等杂质气体时，还原反应过程中就可能生成SiC、 Si_3N_4 等颗粒，成为硅多晶中的夹杂物。

1.5.3 对单晶制备和晶体质量的影响

SiC的熔点高于硅的熔点，在熔硅中不易溶解。在晶体生长时，由于熔体的热对流和旋转对流效应，熔体中的颗粒状SiC被卷带到固液交界面处，如果长入单晶中，成为单晶中的夹杂物，直接影响到硅单晶的质量。

1.5.4 消除和抑制措施

采取有效的分离提纯技术，去除反应气体中含碳、含氮的杂质气体。

1.6 断面孔洞

硅多晶横断面上的孔洞，多是局部区域温度过高和发热体熔化所致（见图29~31）。

2 硅单晶晶体缺陷

2.1 位错

硅单晶虽然已经实现无位错生长，但晶体内仍有一定数量的位错存在。此外，硅片在外延生长和硅器件制备过程中，由于各种原因，也会引入大量位错。因此，位错是硅材料中一种最常见基本缺陷。

2.1.1 位错形态及分布

选择适当的腐蚀剂，对观察表面进行择优腐蚀，在位错表面露头处，可以显示出与晶向有关特定形态的位错蚀坑。典型位错蚀坑在 $\{111\}$ 面上呈三角形（见图32）， $\{100\}$ 面上呈方形（见图41），而 $\{110\}$ 面上呈菱形（见图55）。应当指出，位错蚀坑的形态还与位错线走向、晶向偏离度、腐蚀剂种类、腐蚀时间、腐蚀液的温度等因素有关。实际上观察到的位错蚀坑形态是多种多样的（见图32