

Study on the Homogeneity of the Resistivity Samples of Silicon Single Crystal

Zhuo Liu, Yanan Wang, Yunxia Liu, Sizhuo Suo, Xunda Shi, Bing Su, Zhiting Zhao

GRINM Semiconductor Materials Co. Ltd., Beijing

Email: liuzhuo@gritek.com

Received: Oct. 16th, 2019; accepted: Oct. 30th, 2019; published: Nov. 6th, 2019

Abstract

The thesis describes the principle how single silicon crystal grows, and why the resistivity samples of single silicon crystal is different from chemical analysis samples, which can not completely homogeneity, discusses the factors which affect the homogeneity of the resistivity samples of single silicon crystal in preparation processes, for example, the different RRV causes by the different donors or acceptors, by the different crystal orientation, by the different CZ, FZ and inclusion processes. It also analyzes the testing principle, studies on how the testing environment, sample surface state which can disturb the calibration of the resistivity samples of single silicon crystal, discusses how to avoid these factors as far as possible, finally gets the fine resistivity samples of single silicon crystal.

Keywords

Standard Sample, Silicon Wafer, Homogenization

硅单晶电阻率标准样品均匀性的研究

刘卓, 王雅楠, 刘云霞, 索思卓, 史训达, 苏冰, 赵志婷

有研半导体材料有限公司, 北京

Email: liuzhuo@gritek.com

收稿日期: 2019年10月16日; 录用日期: 2019年10月30日; 发布日期: 2019年11月6日

摘要

简述硅单晶生长的原理, 阐述硅单晶电阻率样品不同于化学分析样品, 不可能完全均匀的原因; 探讨在制备的过程中, 影响硅单晶样品电阻率均匀性的因素, 诸如, 不同的掺杂晶体带来的电阻率均匀性差异、

晶向对电阻率均匀性的影响、不同的拉晶及掺杂工艺导致的电阻率均匀性变化等；从测试的原理分析，测试环境、样品表面状态可能给硅单晶电阻率标定带来的干扰，以及如何尽量规避这些因素，以达到最终制备出符合使用要求的硅单晶电阻率标准样品的目的。

关键词

标准样品，硅片，均匀性

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

随着集成电路线宽的不断下降，对集成电路的基材单晶硅片的要求也越来越高，当然就对作为单晶硅最重要的参数之一的电阻率的测试及标准样品提出了更高的要求。均匀性是标准样品最基本的特性之一。传统的化学分析标准样品通过冶炼、加工、溶解、充分混匀等制备工艺，可以充分保证均匀性[1]。但是，作为仪器分析标准样品的硅单晶样品通常情况下都是块状的，而且由单晶生长方式就决定了它的电阻率不可能是完全均匀的，因此为了在最大程度上保证硅单晶样品的电阻率均匀性，其制备、加工及测试就显得格外重要。

2. 硅单晶片电阻率分布的特点

直拉硅单晶生长的过程是熔融的多晶硅逐渐结晶生长为固态的单晶硅的过程，没有杂质的本征硅单晶的电阻率很高，几乎不会导电，没有市场应用价值，因此通过人为的掺杂进行杂质引入，我们可以改变、控制硅单晶的电阻率。

直拉硅单晶生长时，结晶过程依靠等温规律完成，在同一个水平面上，晶体的边缘总是先于中心结晶，于是，由于结晶时间不同，在晶体生长时，其等温线必然是弯曲的；同时，在杂质浓度较小时，可以将固相与液相中杂质浓度的比值，也就是分凝系数 K 视为常数，这样一来，在同一个水平面上，由于生长结晶速度不同，不同等温面的电阻率就不同，于是，当直拉硅棒被切割成硅片后，同一个硅片内的电阻率就必然不会是均匀的。

受坩转、晶转、拉速等参数的影响，直拉硅单晶的生长界面通常都是凸向晶体，这就造成了在同一个硅片内，中心电阻率低，边缘电阻率高。

3. 硅单晶片电阻率均匀性的影响因素

3.1. 掺杂晶体

根据掺杂晶体的不同，硅单晶分为掺入 III 族杂质晶体 B 的 P 型单晶和掺入 VI 族杂质 P、As、Sb 的 N 型硅单晶。

掺杂晶体不同，分凝系数 k 也不同，于是，根据等温规律， k 越接近于 1 时，同一硅片内的电阻率均匀性就越好。常见掺杂晶体的 k 值如表 1。

即掺 B 硅片，也就是 P 型硅片的均匀性要好于 N 型硅片。

Table 1. Common doped crystal k values
表 1. 常见掺杂晶体 k 值

常见掺杂晶体 K 值	
掺杂元素	K 值
B	0.9
P	0.35
As	0.3
Sb	0.04

3.2. 晶向

在单晶生长过程中，由于硅原子之间的挤压，无论<100>晶向还是<111>晶向的硅单晶，都会产生小平面。小平面的杂质浓度异于其他区域的现象叫小平面的现象，这种现象会导致电阻率均匀性变差。而由于(111)面的原子面密度大于(100)面，所以<111>晶向的硅单晶的小平面效应会强于<100>晶向的硅单晶。因此，<100>晶向硅单晶的均匀性会好于<111>晶向的硅单晶。

3.3. 拉晶参数

提高拉速，可以提高硅单晶的凝固速度，使固液界面趋于平坦，从而提高电阻率均匀性。提高硅单晶的晶体旋转速度，可以通过强制对流抑制自然对流，使等温面趋于平缓，也可以提高电阻率均匀性[2]。当然，拉速过高或者晶转过高，都有可能造成等温面反转，使硅片边缘电阻率值低于中心值，因此，拉速和晶转都必须控制在合理范围内。

另外，水平磁场的加入也可以有效抑制热对流，提高电阻率均匀性。

3.4. 中子嬗变掺杂

中子嬗变掺杂(NTD)是采用中子辐照的办法来对材料进行掺杂的一种技术。当硅中的同位素 ^{30}Si 受到热中子照射时，捕获中子才产生放射性同位素 ^{31}Si ，随后， ^{31}Si 嬗变为稳定的同位素 ^{31}P ，从而达到了 n 型掺杂的目的。由于 ^{30}Si 的分布较均匀，因此，NTD 单晶的电阻率均匀性可远远好于普通掺杂。但是，由于过长的辐照时间会极大的增加成本，因此 NTD 单晶很难做到非常低的电阻率，但是对于目标电阻率在 $30 \sim 1000 \Omega\text{cm}$ 的单晶，NTD 技术可以良好的实现。

中子嬗变掺杂一般用于区熔单晶。直拉单晶的中子嬗变掺杂尽管在理论上可以实现，但由于这种单晶虽然具有良好的电阻率均匀性，但氧含量却不如区熔单晶，同时成本又高于直拉单晶，因此市场应用不多。

3.5. 退火

由于直拉硅单晶拉制过程中石英坩埚的使用，单晶中氧施主的引入无法避免。氧施主在单晶中存在，会影响单晶电阻率。对于重掺单晶，这种影响并不显著，但对于轻掺单晶，必须进行退火，以消除氧施主。

3.6. 样品表面状态

硅单晶电阻率的测量，按照测量仪器的测试探头与被测样品接触的性质来分，可分为接触法和无接触法两大类。

3.6.1. 接触法

接触法测电阻率又有四探针法和两探针法等等,但由于两探针法需要特别制备电极,因此现在的大规模生产已经很少使用两探针法,这里我们仅仅讨论四探针法测试电阻率标样的表面状态。

四探针测试电阻率时,要求四根探针处于同一平面的同一条直线上,因此,这不仅要求硅单晶标样应有良好的平整度,也需要样品表面没有明显的线痕和其他破裂。另外,四探针与硅单晶的接触处,可能存在着少数载流子注入效应,而对样品表面进行研磨或喷砂处理,可以产生很多复合中心,有效复合掉注入的少数载流子,从而尽量避免少数注入效应,保证电阻率测量的正确性。

因此,对于四探针法测试电阻率的硅单晶样品而言,不仅要求样品要有良好的平整度,也要求样品必须是喷砂或者研磨表面,且表面无线痕、无破损等。

3.6.2. 无接触法

无接触法即用涡流法测试硅片电阻率的方法。其基本原理是通过交变的电流产生交变的磁场,继而测得处于交变磁场中的硅片电阻的方法,得到硅片电阻后,再用电阻除以硅片厚度,得到硅片电阻率。因此,无接触涡流法测试硅片电阻率要求硅片的中心位置应有良好的 TTV,且硅片表面不能有化学沾污或损伤。

4. 标准样品测试、标定的影响因素

4.1. 测试环境

由于硅片中的载流子迁移率会受到温湿度的影响,所以无论接触法测试硅片电阻率还是无接触法,均对环境温湿度有要求。对于接触法四探针测试,要求在环境温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 湿度不大于 65% 的条件下进行[3];涡流法接触测试,要求在环境温度 $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 湿度 70% 以下的较洁净的环境中进行[4]。

4.1.1. 接触法

首先,为了形成良好的金半接触,四探针的针尖不应有磨损,应该是完好的针状。其次,当附件有高频干扰时,测试回路中会引入虚假电流,因此四探针设备应有电磁屏蔽。

接触法测试硅单晶电阻率,探针距离硅片边缘应大于 6 mm,硅片直径应大于探针间距的 10 倍,厚度应小于探针间距的 4 倍,测量范围为 0.001~3000 Ωcm 之间。

4.1.2. 无接触法

由于无接触涡流法测得的硅片电阻率是由硅片电阻除以硅片厚度得到的结果,所以首先要求硅片的厚度数据准确。其次,由于测试是基于电磁感应的原理,外界磁场会对测试产生影响,所以测试设备还应处于良好的电磁屏蔽环境中。

对于目前的主流测试设备而言,涡流法测试的硅片直径应大于 25 mm,厚度需小于 1 mm,电阻率应在 0.001~200 Ωcm 之间[4]。

4.2. 标定

由于硅单晶的生长方式决定了硅样品不可能完全均匀,因此在制作硅单晶电阻率标准样品时,首先样品的选取就非常重要,N 型<100>掺 B 的单晶应被首先考虑,样品的切割及研磨要能够保证样品足够平整且无损伤、无沾污,对于目标电阻率大于 30 Ωcm 的标准样品,应选择区熔中子嬗变掺杂单晶,以保证较小的硅片径向电阻率均匀性。制备完成后,可以考虑用四探针在样品待标定区域初步取几个点测试,以便找出均匀性较好的硅片,用来制作电阻率标准样品。

标定的范围需要尽量控制在一个小的区域内, 一般来说, 这个区域略大于测试探头的宽度即可, 通常的做法是选择样品的几何中心附近圈定。此外, 标定时还需要旋转待测样品, 并反复测试, 最终处理数据得到标定结果。

这样选取并制作、标定得到的样品可以有效降低样品的不确定度, 制备出能够满足使用要求的硅单晶电阻率标准样品。

5. 结论

虽然硅单晶本身的特性决定了其电阻率分布不可能完全均匀, 但是制作标样时, 我们依然可以通过选取拉晶工艺参数特别控制的 N 型<100>单晶进行标准样品的制作, 同时, 通过控制标准样品的表面状态和保证测试标定条件, 使制得的硅单晶电阻率样品满足使用需求。

参考文献

- [1] 胡晓燕. 仪器分析标准样品的研制[C]//钢铁研究总院测试所. 第三届北京冶金年会论文集: 2002 年卷. 北京: 中国金属学会, 2002: 1284-1287.
- [2] 张继荣, 殷海丰, 佟丽英, 刘锋, 赵光军. n 型高阻硅单晶电阻率均匀性的控制[J]. 半导体技术, 2004(9): 1.
- [3] GB/T1551-2009 硅单晶电阻率测定方法[S].
- [4] GB/T6616-2009 半导体硅片电阻率及硅薄膜薄层电阻率测试方法, 非接触涡流法[S].