

国产炉拉制 $\Phi > 76.2\text{mm}$ 无位错 FZ 硅单晶的两种工艺热场分析

黄立新

(峨眉半导体材料厂, 成都 614200)

摘要 对国产设备试制及生产 $\Phi > 76.2\text{mm}$ 无位错 FZ 硅单晶的两种最为稳定的工艺热场作了较全面的分析总结。

关键词 硅单晶 无位错

Thermal Field Analysis on Two Kinds of Process for Manufacturing Free-Dislocation FZ Monocrystalline Silicon ($\Phi > 76.2\text{mm}$) by Home-Made Equipment

Huang Lixin

(Emei Semiconductor Material Factory, Chengdu 614200)

Abstract The author has more comprehensively analyzed and summarized the two more stable thermal fields for trial and manufacture of free-dislocation FZ monocrystalline silicon ($\Phi > 76.2\text{mm}$) by home-made equipment

Keywords Monocrystalline silicon Free-Dislocation

1 引言

就无位错 FZ 硅单晶(以下简称“单晶”)而言,目前国内对 $\Phi > 76.2\text{mm}$ 单晶需求比例越来越大,对 $\Phi > 101.6\text{mm}$ 单晶也开始有所需求。几年前,我们率先在国产炉上试制成功 $\Phi > 76.2\text{mm}$ 单晶。现在,国产炉试制更大直径(尤其是 $\Phi > 101.6\text{mm}$)单晶已迫切需要。由于设备本身差异,完全照搬进口设备的生产工艺显然不行。因此,在消化吸收国外先进经验的同时,很有必要借鉴过去在国产炉上增大直径方面的经验。基于这个目的,本文对我们试制及生产 $\Phi > 76.2\text{mm}$ 单晶的两种最稳定工艺热场进行全面的分析,对其中经验进行具体的理论探讨,以使过去的经验能成为今后发展的借鉴。

2 FZ 工艺热场对结晶面的影响机理

依据晶体生长理论,可将单晶无位错生长对 FZ 工艺热场的基本要求归纳如下: 1. 能充分熔化原料,使界面附近的一薄层具有一定过冷度,而界面以外熔体高于熔点; 2. 能使生长界面尽可能平坦; 3. 能使晶体内部热应力不超过硅的“临界应力”,避免位错产生^[1]。

目前,国内所有大直径 FZ 单晶工艺热场(包括现有进口设备)可以说都大同小异,均由单匝扁平小内径(小于原料及生长晶体直径)高频感应加热线圈(以下简称“线圈”)提供热源。在国外,利用这种热场已能生产 $\Phi > 127\text{mm}$ 以上单晶。可以预言,在今后很长一段时间,国

内所有大直径单晶生产仍将依赖于这种热场，而线圈的形状、尺寸及其附加热场配置情况又是此热场之关键，这也是本文将探讨之全部。

单晶生长过程所处热场为动态热场。为便于后面分析，先简要分析热场在结晶界面的热传递及其对界面的影响机制。

如图 1 所示，单晶稳定生长时，根据能量守恒定律，结晶界面任一点的热平衡方程为：

$$Q_1 + Q_c + Q_e = Q_s$$

其中： Q_1 是从液态传到结晶界面的热流密度； Q_c 是结晶所释放的结晶潜热密度； Q_e 是线圈热场提供给结晶界面的热流密度； Q_s 是经固态传出的结晶界面的热流密度。

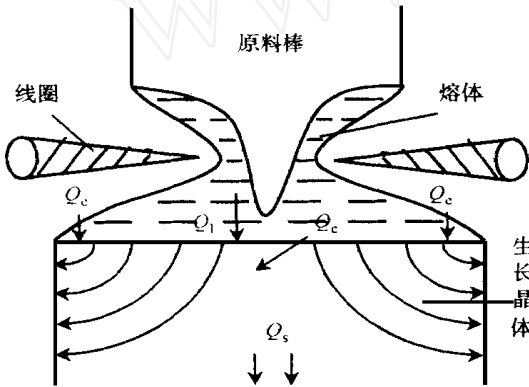


图 1 单晶生长界面的热传递示意图

结晶界面形态取决于界面各点 Q_1 、 Q_c 、 Q_e 、 Q_s 的热传递。其中， Q_1 与界面附近熔体温度梯度有关，而熔体温度梯度又与线圈提供给熔体各部分的热流密度，以及中心部分未熔透原料（由于“集肤效应”，原料中心在穿过线圈时通常并未完全熔透）与界面的距离、体积有关。 Q_c 与硅材料本身及界面各点单位时间内的结晶量有关。 Q_e 则与线圈形状、尺寸有关。至于 Q_s ，传递出去有两种途径：经晶体内部，靠固体热传导传走。这与晶体轴向温度梯度有关；通过晶体表面向外传导、辐射。这与晶体径向温度梯度及传导距离有关。而径向温度梯度很大程度取决于晶体表面热辐射能力；传导距离与晶体生长直径、结晶点径向位置有关。在通常情况下， Q_s 传递的第二种途径比第一种所占比

例大很多。

不同热场条件下，结晶界面形态有以下两种可能（此处只讨论大直径单晶）：

(1) 由于晶体直径大，晶体内部 Q_s 向表面传导距离长，界面中心部分散热较困难，且随晶体直径增加，单位时间内将释放出更多的结晶潜热。这使结晶界面凹向熔体，呈如图 2 所示形态。

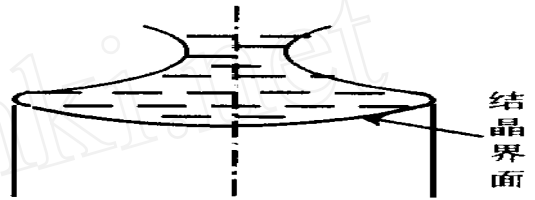


图 2 结晶界面可能形态之一

(2) 若线圈中热场稍弱，传到界面中心的 ($Q_c + Q_1$) 有可能弱于外缘部分——仅线圈热场本身不可能产生这种结果。但因线圈中央热场较弱，较大体积的未熔透原料可能会穿过线圈并在界面中心附近熔化吸热，使中心 Q_1 大幅度降低。在这种情况下，如果晶体轴向及径向温度梯度又都较大，即中心 Q_s 轴向、径向传导都较容易。则结晶界面有可能趋平，甚至在中心凸向熔体，呈如图 3 所示形态。

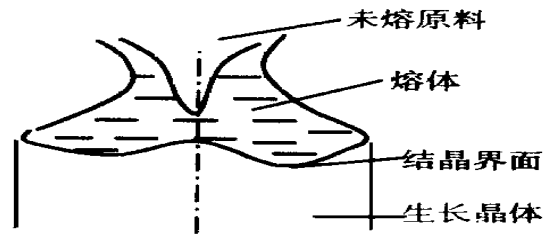


图 3 结晶界面可能形态之二

大直径单晶生长界面通常呈第一种形态。这是因为：线圈热场外缘部分较弱；成晶功率一般较高，未熔透原料体积小且离界面较远；晶体直径大，中心 Q_s 传导困难。因此，分析热场应重点考虑减小结晶界面凹度。

3 两种 $\Phi > 76.2\text{mm}$ FZ 硅单晶工艺热场分析

3.1 平板“鸭嘴线圈”热场

最初试制及生产采用的线圈是原生产 $\Phi 64$

$\pm 2\text{mm}$ 单晶线圈(以下简称“原线圈”)的发展。其形状为普通平板“鸭嘴”形。剖面如图 4 所示。线圈上侧面水平,下侧面具有一定锥度。线圈尺寸在原线圈基础上除外径 Φ_2 加大,其余 (Φ_1, t, h) 均保持不变,下侧面锥度 (α) 相应比原线圈有所减小。

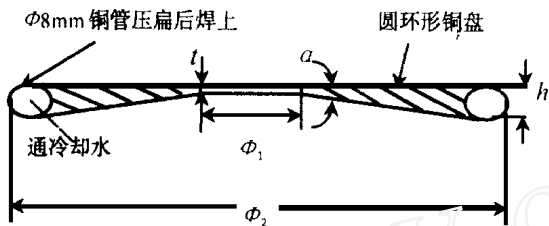


图 4 平板“鸭嘴线圈”剖面示意图

该工艺热场主要特点: 无附加热场; 线圈形状简单,加工容易; 功率消耗低,可在一定程度弥补一些国产炉功率输出的不足;

线圈形状对称,成晶全过程不用旋转原料,特别适合一些国产设备因上、下轴同心度偏差较大而不能旋转原料成晶; 成晶速度快(其他热场条件下一般 $2.5 \sim 3\text{mm/m in}$, 本工艺最高可达 3.8mm/m in); 工艺稳定,但产品有时会有旋涡缺陷。

线圈尺寸的合理是该工艺热场意外成功的关键,虽然最初确定尺寸时并未作充分的分析。

该工艺功率消耗低、成晶速度快(热场透原料能力强),均因保持了较小的 Φ_1, t, h 。根据电磁学理论: 由于“环形效应”,高频电流主要集中于刃口部分。内径 Φ_1 较小、刃口厚度 t 较小(高频电流因“尖角效应”在刃口部位更集中),均使中央磁场更强,同时 Φ_1 较小还使刃口与熔区耦合距离缩短,耦合增强。这些都使原料熔透更容易; Φ_1 较小,线圈自感阻抗较小,同时因磁力线穿过硅材料的总体积较小,线圈与硅材料之间的互感(可将硅中涡流看作由许多回路组成)等效阻抗也较小。同样, h 较小,因磁力线形状更扁平,磁力线穿过硅材料的体积也较小。这些都使线圈阻抗减小,功率消耗降低。

当然,不能因此认为 Φ_1, t, h 的选择越小

越好。若 Φ_1 过小,线圈总阻抗将大幅降低,回路自身发热损耗比例随之增大(热损耗由冷却水带走)。其结果,高频热效率降低,原料极易产生“硅刺”;另外,线圈中心热场过分集中,而外缘热场更弱,会使界面更凹向熔体。

若 t 过小,由于高频电流过分集中,刃口将因冷却困难而发红,线圈极易打火。这已得到试验证实。

至于 h (α),根据前面对界面热传递的分析,为使界面尽可能平坦,随单晶生长直径增大,线圈下侧面锥度应相应增大,以使界面外缘部分热场适当增强。若 h 过小,界面过分凹向熔体。不仅本身不利单晶生长,而且可能因此产生“毛刺”直接造成晶变^[2]。试验表明当 $h = 4\text{mm}$ 时,单晶均因产生“毛刺”而无一能生长到头。

线圈外径 Φ_2 的确定最初是依据以往经验——外径只要大于单晶生长直径 20mm 左右即可满足单晶正常生长——很多资料也持相同观点。从试用结果看,最初选择的尺寸基本满足稳定生产要求,但偶而会产生“毛刺”(为此,我们曾增大 h ,但功率损耗明显增加,所试设备由于没有足够功率输出而无法正常工作)。

我认为,这种线圈后来最成功的改进是外径 Φ_2 的不断增大。一开始,我们试着将 Φ_2 增大 2mm ,功率消耗并未增加,结果,不仅有效消除了“毛刺”,并使单晶直径最大增至 85mm 。此后,在生产中实际采用的外径逐渐加大,最后经常采用的较最初增大 8mm ,工艺参数也未有明显变化。这表明:线圈外径增大对功率损耗并无明显影响,而且能有效弥补下侧面锥度较小的不足。这可由电磁学理论解释:高频电流主要集中于刃口,若 Φ_1, t, h 保持不变,增大 Φ_2 对线圈自感阻抗及磁场磁力线形状影响并不大(即互感等效阻抗影响不大),对原料熔透也无影响,故而功率消耗不会有明显变化。同样, Φ_2 增大也受炉体结构和刃口部分的冷却等限制。

该工艺热场从以下几方面弥补了线圈 h 较小对界面的不利影响: 成晶过程不旋转原料,

成晶速度较快, 使线圈下侧未熔透原料体积较大; 无后热反射器系统, 晶体轴向、径向温度梯度较大; Φ_2 的适当增大, 使该工艺比较稳定。但由于无后热反射系统, 晶体内较大的轴向、径向温度梯度使热应力较大, 虽然没有超过硅的“临界应力”而产生位错, 却可能是该工艺产品有时会有旋涡缺陷的原因(该工艺成晶速度无法达到能完全消除旋涡的“临界速度”), 晶体内热应力过大就可能产生旋涡^[3]。为此, 我们开始试用另一种工艺热场。

3.2 仿进口丹麦炉线圈热场

一开始, 我们直接搬用进口丹麦炉线圈热场, 但发现生产 $\Phi > 80\text{mm}$ 单晶不够稳定。根据前面经验, 在形状基本保持不变情况下, 对线圈尺寸作了较大修改。结果表明这些修改是恰当的。但我认为, 该热场的突出特点还是线圈形状及其后热反射器系统。

线圈形状如图 5 所示。该线圈上侧面有一圆环台阶, 利用台阶内径处的“尖角效应”适当聚磁, 可增强原料表面的熔化, 防止“硅刺”产生。但这会增加一定的功率损耗(台阶使上侧面磁力线穿过的原料体积增加)。线圈下侧面锥度较前一种大, 但在后来尺寸修改中将其适当减小(前一种线圈角度 α 为 $8.30 \sim 8^\circ 50'$; 原丹麦线圈 α 约为 13° ; 修改后线圈 α 为 $10.30 \sim 11^\circ$)。作为补偿, 外径适当加大。线圈下侧面开有 24 条等分小槽, 其目的是为了增强下侧面外缘部分热场, 降低界面凹度, 因高频电流有“走捷径”的特点, 开槽增加了这一周的路径, 使流过这一部分的电流大幅减小, 外缘部分电流密度适当增加。但一次偶然试验, 我们发现其作用并不明显, 线圈加工时, 这些小槽全被银封平, 后来使用并未发现单晶生长有什么明显变化。

关于线圈内径, 其形状接近椭圆而且偏心, 这是“偏心针眼区熔工艺”^[4]的一种发展。对于对称形状线圈, 由于高频电流“走捷径”, 在线圈开缝处, 刃口部分电流密度较小, 外缘部分较强(与线圈其余部分比较而言)。因此, 在开缝处内径外移(即整个内径偏心)对整个磁

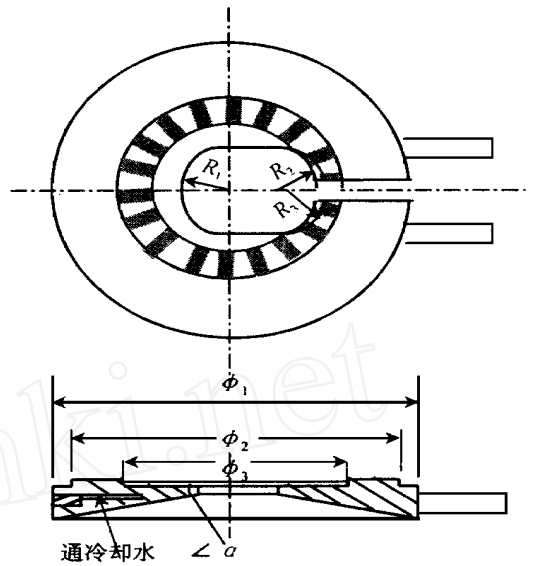


图 5 仿丹麦炉线圈下侧面、剖面示意图

场影响不大(磁场均不对称)。从实际使用情况看, 内径偏心使磁场不对称性有所增强, 因而原料需旋转熔化。其作用除了能提高产品径向电阻率均匀性外, 还可在不增加功率消耗前提下适当提高线圈外缘热场(外缘部分相当于较大内径线圈热场, 而原料由于在旋转中熔化, 又相当于在小内径线圈中熔化)。

该工艺热反射器系统如图 6 所示, 实际就是一保温圆筒, 圆筒最上端焊有一圈通冷却水铜管。反射器主要作用是晶体保温, 降低晶体内部热应力。其热传递如图 6 所示: 晶体辐射到反射器上的热量 (Q_s), 部分被冷却水带走 (Q_b), 部分经外壁传导辐射出去 (Q_s), 其余反射回晶体 (Q_g)。试验证明: 热反射区尺寸、与线圈距离及冷却水流量都明显影响晶体生长。

反射器入口处, 由于冷却水带走热量能力较大, 其散热能力有可能大于晶体进入反射器前气体带走辐射热的能力。这时它不仅不向晶体反射热, 而且还会成为一个“吸热器”。这产生两个结果: 一是反射器以上, 晶体轴向、径向温度梯度提高, 有利界面平坦; 二是反射器内, 由上至下反射器由吸热逐渐变为反射热, 使晶体内部温度梯度大幅度降低, 达到降低晶体内部热应力目的, 这既有利于单晶的无位错生长, 也有利于消除旋涡。

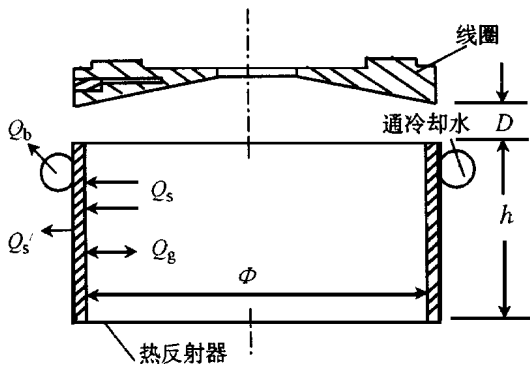


图6 热反射器及其热传递示意图

试验发现,反射器通水量过大、过小单晶均不能正常生长。其原因是:若水量过小,整个反射器都反射辐射热,结果晶体轴向、径向温度梯度太小,界面散热困难,不仅凹度增大,还可能因过冷度不够、相变驱动力不足而形成新核。若水量过大,则既可能因反射器以上晶体温度梯度过大产生位错而晶变,也可能因晶体表面结晶前沿有所提前而增大界面凹度。试验中,只要水量过大,单晶每次均在“转肩”后120~130mm长度时晶变。

反射器内径(Φ)、高度(h)、与线圈距离(D)也必须适当。若 D 过小,晶体中央散热困难,而表面结晶前沿又会过分超前产生回熔,直观看上去前沿很不平。实践证明: $D < 15\text{mm}$ 就无法正常成晶。若 D 过大,则反射器作用不明显。若 h 过大,反射热量多、保温晶体长、上端吸热效果全无,结果与水量过小相近。若 h 过小,不仅反射作用不明显,而且可能会因冷却水带走热量而使反射器成为一个纯粹“吸热器”。至于 Φ ,过大,失去作用;过小,上端吸热及下部反射热作用都太强,这使晶体表面结晶前沿超前、内部散热困难,界面凹度增大。我们的经验: Φ 大于晶体生长直径20mm多一点为宜。

该工艺热场主要特点可作如下归纳:熔区“腰”细,产品外形好,但成晶速度慢;

工艺稳定性较前一种稍优; 加有热反射器系统,旋涡缺陷少; 消耗功率较前一热场高; 线圈结构复杂,加工困难; 线圈形状不对称,原料需旋转熔化,这有利于增大投料量,防止原料产生“硅刺”,但不适于某些国产炉; 线圈冷却水在线圈体内流过,刃口冷却好。

4 结 论

以上两种工艺热场各有利弊,但均达到了相同目的,即在功率消耗尽可能低的情况下,即使原料熔化充分又使结晶界面尽可能平坦。前一种主要依赖于合理的尺寸选择;后一种依赖于独特的形状、恰当的附加热场配置。

综上所述,可作以下结论:1)线圈内径、刃口厚度、下侧面锥度尽可能小,内径椭圆偏心等,有利于降低功率消耗;2)尽可能大的外径、下侧面锥度、适当大的内径等,有利于结晶界面平坦;3)热反射器能有效降低晶体热应力,配置情况对界面形态影响甚大。

5 结束语

目前,国内外对单晶生长技术在理论方面进行深入讨论的极少,尤其在具体工艺方面,很少有能借鉴的理论分析。本文希望通过一些尝试性探讨,为国产FZ单晶炉在建立新的工艺热场以增大单晶生长直径方面提供一定的理论参考。

参 考 文 献

- 1 余思明《半导体硅材料学》中南工业大学出版社1992:195
- 2 黄立新《半导体技术》中国半导体行业协会、电子部半导体情报网1993;(4):50
- 3 贾陶涛,翟富义《1992年全国硅材料学术年会论文集》中国有色金属半导体材料学术委员会1992:168
- 4 余思明《半导体硅材料学》中南工业大学出版社1992:166

(收稿日期 19980327)

黄立新 高级工程师,1986年毕业于昆明工学院材料系,一直在四川峨嵋半导体材料厂从事生产、科研工作。