

CZ シリコン結晶成長中の無転位化機構の検討 — Dash-necking 部分の転位の三次元分布 —

Dislocation Elimination during Crystal Growth of Silicon by CZ-method — Three Dimensional Distribution of Dislocations of Dash-necking Parts —

飯田 敏^a, 梶原 堅太郎^b, 川戸 清爾^c, 奥山 浩明^a
Satoshi Iida^a, Kentaro Kajiwara^b, Seiji Kawado^c, Hiroaki Okuyama^a

^a富山大学理学部, ^b(財) 高輝度光科学研究センター, ^c九州シンクロトロン光研究センター
^aUniv. Toyama, ^bJASRI, ^cSaga-LS

チョクラルスキー法で育成されたシリコン結晶中のネッキング過程における転位消滅の機構を明らかにするために、ステップスキヤニング単色 X 線トポグラフィを用いて、ネック部に存在する転位の三次元分布観察を行った。転位消滅の前段階の転位密度の高い領域において、複数の転位ループが同じ {111} すべり面上に乗っていることが分かった。また、これらの転位ループは結晶の表面や複数のループが集まっているところで終端していることも分かった。既存の転位の熱応力による反応や結晶表面における熱応力の集中などが成長結晶における新たな転位ループの発生に関係している可能性があるだろう。

キーワード： シリコン結晶, 格子欠陥, X 線トポグラフィ

背景と研究目的：

回転引き上げ法、チョクラルスキー法（以下 CZ 法）は融液から単結晶を成長させる方法の一つである。融液に種結晶を接触させ、種結晶と同じ方位の単結晶を融液から自由空間中に引き上げる。シリコン半導体デバイスの基板となるシリコンウェハは CZ 法で育成された無転位単結晶インゴットから作られる。シリコン単結晶の無転位化は Dash-necking と呼ばれる育成結晶の細径化により実現されてきた[1]。CZ 法はシリコン以外の多くの結晶成長に適用されているが、無転位化に成功しているのは、シリコンやゲルマニウムなど、ごく一部の物質に限られている。CZ 法一般に適用できる無転位化機構の解明が望まれている。

川戸ら[2]および梶原ら[3]はダッシュネッキング過程におけるシリコン結晶中の転位の消滅の仕方を調査し、転位消滅の最終段階においては、転位は結晶の外周部に達することなく、結晶内部でハーフループとして終端していることを見出した。これらの観察結果はこれまで言われていた転位消滅のシナリオとは異なるもので、ネッキング過程における転位消滅の機構の見直しを迫るものである。

われわれは、ネッキング過程における転位消滅の真の機構を明らかにするために、転位消滅の最終段階の前のまだ転位密度の高い領域における転位の三次元分布の形態観察を試みている。前回実験[4]では、ステップスキヤニング単色 X 線トポグラフィを用いて、ネック部に存在する転位の三次元分布観察を行った。そして転位が結晶中心部に少なく、周辺部に偏在していることを見出した。今回実験では、転位ハーフループの形成要因を明らかにすることを目的に、ハーフループ終端部すなわちハーフループの起源の追跡を中心に、観察を進めた。

実験：

観察に用いた試料は CZ 法育成の直胴部径が 2 インチのシリコン単結晶である。ネッキング部分は径約 3mm, 長さ約 20mm である。(図 1 参照) 前回実験[4]では、結晶成長方向[001]を垂直方向にセットしたが、今回は、一度に広い範囲のセクショントポグラフを得るため、試料を[001]方向が水平方向になるように固定した。

転位の三次元分布観察には、単色 X 線を利用した断面トポグラフの積層による三次元化 X 線トポグラフィを用いた。上下幅 50 ミクロン、横幅 12mm 程度に整形されたシート状の 35keV に単

色化された X 線を試料結晶に入射させた。トポグラフの撮影には 400 ブラッグ回折を用いた。断面トポグラフ像の高分解能観察には X 線二次元検出器（可視光変換型 X 線 CCD カメラ）を用いた。試料結晶を段階的に逐次走査し、その都度断面トポグラフ像を取得した。このようにして得られた多数の試料断面トポグラフ像を積層することによって X 線回折トポグラフの三次元像を得た。



図 1. 多軸ゴニオメーターに設置された試料結晶と二次元 X 線検出器

結果：

図 2 に、400 反射を用いて撮影された投影トポグラフを示す。多くの転位が結晶成長方向に凸なハーフループ状の形態をして結晶内部に止まっていることが確認できる。

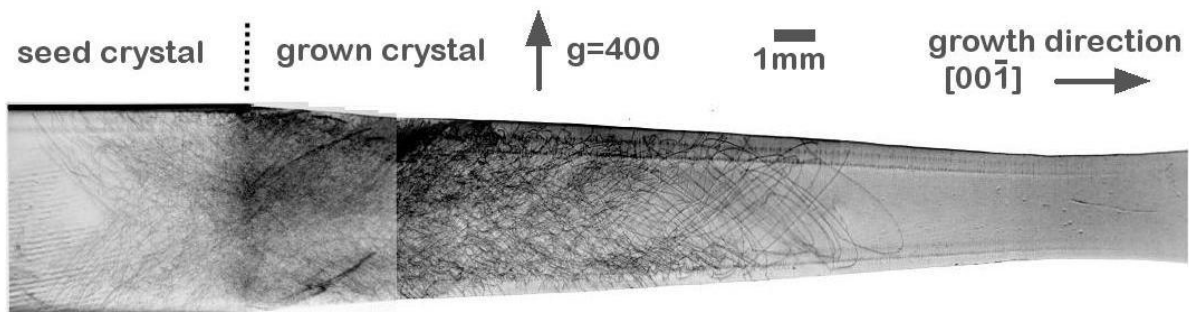


図 2. 400 反射を用いて撮影された投影トポグラフ。無転位になる前の転位は結晶成長方向に凸なハーフループ状であることが分かる。

三次元トポグラフデータから構成された[110]方向への投影トポグラフの一例を図 3 に示す。このトポグラフは図 2 に示したトポグラフを結晶成長軸の回りに 45 度回転させたものに対応している。図 3 のトポグラフでは直線状に見える転位も、図 2 ではハーフループ状の形態をしていることから転位ループの多くは $\{111\}$ 面上に乗っているということが分かる。

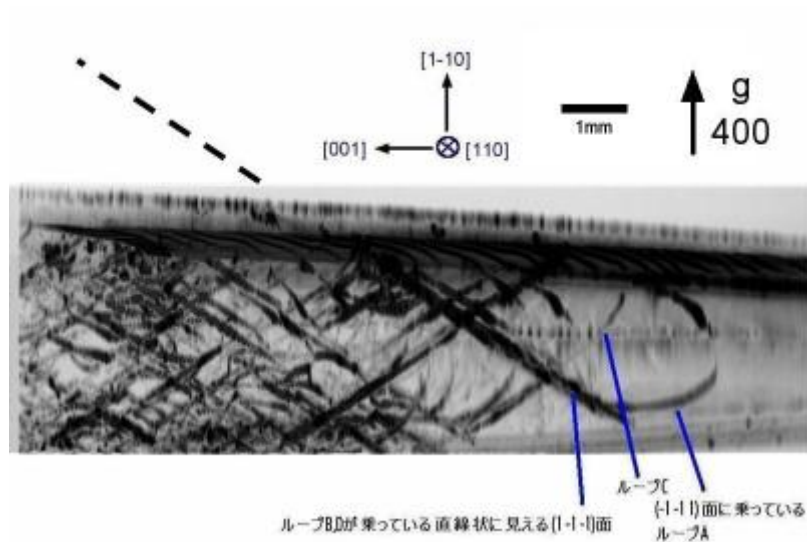


図3. 三次元トポグラフィデータから構成された[110]方向への投影トポグラフィ. (1-1)面上に乗っている転位ループはこの投影方向から観察すると直線状に見える.

図4に三次元トポグラフィデータから構成された、成長結晶中の転位ループが存在する場所(図3中に点線で示した切断面の位置)の(1-1-1)断面トポグラフィを示す. 複数の転位ループが同じ(1-1-1)面上に乗っていることが分かる. また、これらの転位ループは結晶の表面や複数のループが集まっているところで終端していることが分かる.

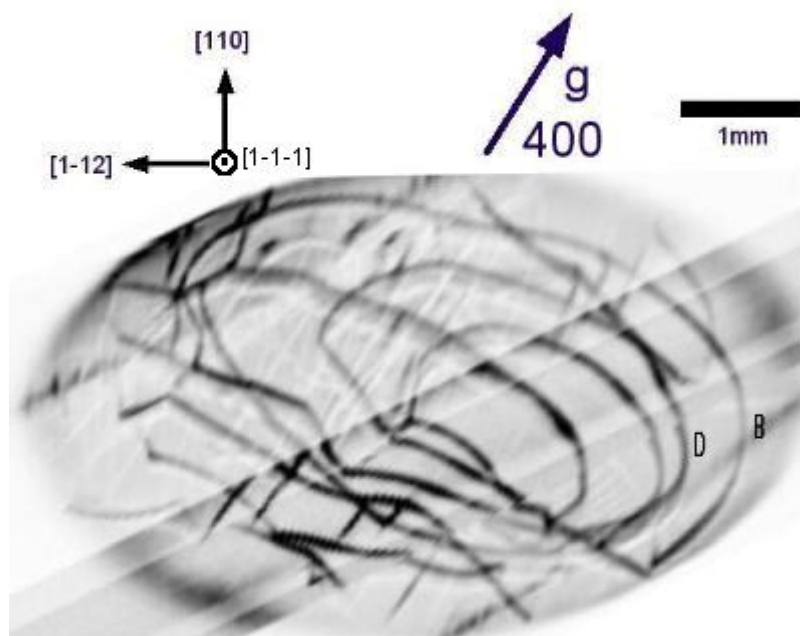


図4. (1-1-1)断面トポグラフィ. 図3中の点線で示した場所の断面に対応する.

考察：

図3および図4に示した転位は、種結晶がシリコン融液に接したときに熱ショックで発生したものが成長結晶に引き継がれたとは考え難く、成長結晶のどこかで発生したものと思われる。図4は新たな転位の発生に複数個の転位源の存在が必要であることを示唆している。また、転位の形状が結晶成長方向に凸なハーフループ状であるという事実は転位が成長結晶 - 融液界面に達しているとする従来の転位消滅のシナリオとは相容れ難く、転位ループの発生の時期は結晶が成長した後であろうと思われる。また、{111}面上の転位ループは<110>方向に走る転位線からなる六角形状ではなく、丸い形状をしている。このことは転位ループの発生が、結晶異方性の小さい、十分高温で起こったことを示している。転位発生の駆動力としては熱応力以外には考え難いので、細径化により、熱分布の不均一性が改善されて熱応力が減少するため、新たな転位発生の確率が減少し、終には無転位化するものと推定される。一度無転位になると、その後成長結晶の径を大きくしても転位は発生しない。成長結晶における新たな転位の発生には、熱応力以外に転位源となるものが形成されるということが重要であろう。

今後の課題：

既存の転位が熱応力によって反応し、その結果新たな転位の発生にとつなげるシナリオの解明には、三次元転位分布の高空間分解能観察が必要である。細径化により転位密度が減少するのは明瞭に捕らえられたが、どの程度まで細くする必要があるかという点を明らかにするには、ネック部の径や引き上げ方向などの成長条件の異なるCZ-Si単結晶中の転位分布評価が必要であろう。今回我々が観察した転位分布は転位の発生、伝播、反応などの一連の変化が終了した後の三次元分布である。転位消滅の真の機構を理解するには、結晶成長中の転位の動的その場観察が必要なのかもしれない。

参考文献：

- [1] W. C. Dash, J. Appl. Phys. **30**, 495 (1959).
- [2] S. Kawado, S. Iida, K. Kajiwara, Y. Suzuki and Y. Chikaura, Proceedings of SRI2006, AIP Conference Proceedings vol. 879, pp.1545-1549.
- [3] K. Kajiwara, S. Kawado, S. Iida, Y. Suzuki and Y. Chikaura, phys. stat. sol. (a) **204**, 2682-2687 (2007).
- [4] 飯田, 梶原, 川戸, 奥原, 野間野, SPring-8 重点産業利用課題報告書 2009B1898.