

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines Einkristalls aus Silizium, der mit Dotierstoff vom n-Typ dotiert ist

- 5 Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silizium, der mit Dotierstoff vom n-Typ dotiert ist und in einem zylindrischen Abschnitt einen spezifischen elektrischen Widerstand von nicht mehr als 2mOhmcm aufweist, durch Ziehen des Einkristalls gemäß der CZ-Methode aus einer Schmelze, die in einem Tiegel enthalten ist. Gegenstand der Erfindung ist des Weiteren eine
10 Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Stand der Technik / Probleme

- Die Herstellung eines Einkristalls aus Silizium, der Dotierstoff vom n-Typ in vergleichsweise hoher Konzentration enthält, ist besonders herausfordernd. Der
15 Dotierstoff ist leicht flüchtig und kann Ablagerungen ausbilden, die Versetzungen auslösen können. Es hat sich als vorteilhaft herausgestellt, Dotierstoff während einer Phase des Ziehens eines zylindrischen Abschnitts des wachsenden Einkristalls der Schmelze erstmalig oder zusätzlich zuzuführen.
- 20 In US 2010/ 0 294 999 A1 ist ein solches Verfahren beschrieben, das vorsieht, einen Gasstrom, der elementaren Dotierstoff enthält, durch ein Rohr zur Oberfläche der Schmelze zu blasen. Hierzu wird der feste Dotierstoff in der Ziehkammer sublimiert, und mit einem Trägergas versetzt zur Oberfläche der Schmelze geblasen. In vergleichbarer Weise wird bei einem Verfahren vorgegangen, das in JP 2013-129 551
25 A erläutert wird.

- In CN 1 600 905 A und in DE 11 2017 004 790 T5 wird empfohlen, mehrere Öffnungen bereitzustellen, durch die gasförmiger Dotierstoff zur Oberfläche der Schmelze geblasen wird.
30
- Nachteilig an diesen Vorschlägen ist, dass sie Modifikationen der näheren Umgebung (hot zone) des wachsenden Einkristalls erfordern, um dort Raum für das Sublimieren

des Dotierstoffs zu schaffen, und dass die Verteilung des Dotierstoffs ungeachtet des Bereitstellens mehrerer Öffnungen zum Einblasen des Dotierstoffs ungleichmäßig ist.

- Aufgabe der Erfindung ist es, Modifikationen der hot zone zu minimieren und für eine
- 5 gleichmäßigere Verteilung des Dotierstoffs in der Schmelze zu sorgen. Insbesondere sollen lokale Überhöhungen der Konzentration an Dotierstoff vermieden werden, deren Präsenz das Risiko erhöht, dass Versetzungen im wachsenden Einkristall ausgelöst werden.
- 10 Gelöst wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silizium, der mit Dotierstoff vom n-Typ dotiert ist und in einem zylindrischen Abschnitt einen spezifischen elektrischen Widerstand von nicht mehr als 2mOhmcm aufweist, durch Ziehen des Einkristalls gemäß der CZ-Methode aus einer Schmelze, die in einem Tiegel enthalten ist, umfassend
- 15 im Verlauf des Ziehens des zylindrischen Abschnitts des Einkristalls das Zuführen eines Gasstroms enthaltend gasförmigen Dotierstoff zu einer Oberfläche der Schmelze, dadurch gekennzeichnet, dass der Gasstrom in einem Rohrleitungssystem in eine Ziehkammer und durch einen Hitzeschild, der den wachsenden Einkristall umgibt, oder entlang einer äußeren Oberfläche des Hitzeschilds, bis zu einem
- 20 Ringkanal an einem unteren Ende des Hitzeschilds und von dort durch Düsen zur Oberfläche der Schmelze geleitet wird.

- Der zylindrische Abschnitt des Einkristalls weist teilweise oder vorzugsweise vollständig den spezifischen elektrischen Widerstand von nicht mehr als 2 mOhmcm
- 25 auf. Im Fall von Phosphor als Dotierstoff beträgt der spezifische elektrische Widerstand im zylindrischen Abschnitt des Einkristalls vorzugsweise nicht mehr als 1,2 mOhmcm, besonders bevorzugt nicht mehr als 1 mOhmcm.

- Besondere Modifikationen der hot zone werden insbesondere dadurch vermieden,
- 30 dass der Ort, wo fester Dotierstoff in gasförmigen Zustand sublimiert wird, außerhalb der Ziehkammer angeordnet wird. Darüber hinaus führt der Weg des gasförmigen Dotierstoffs in einem Rohrleitungssystem durch einen Hitzeschild oder entlang einer

äußeren Oberfläche des Hitzeschilds bis zu einem Ringkanal am unteren Ende des Hitzeschilds und von dort durch Düsen zur Oberfläche der Schmelze.

- Die äußere Oberfläche des Hitzeschilds bezeichnet die Seitenfläche des Hitzeschilds,
5 auf die die Wärmestrahlung einer um den Tiegel angeordneten Heizeinrichtung (Tiegelheizer) zuerst auftrifft.

- Der Dotierstoff wird außerhalb der Ziehkammer sublimiert und zusammen mit einem Trägergas durch das Rohrleitungssystem in den Ringkanal gespült und von dort durch
10 die Düsen zur Oberfläche der Schmelze geleitet.

Es werden mindestens zwei, vorzugsweise 4 bis 100 Düsen bereitgestellt. Die Spitzen der Düsen, wo der Gasstrom aus Trägergas und Dotierstoffgas austritt, haben einen Abstand von vorzugsweise nicht mehr als 20 mm zur Oberfläche der Schmelze.

- 15 Mit Hilfe der Anordnung der Düsen wird der Gasstrom in vorbestimmter Weise auf die Oberfläche der Schmelze geleitet.

- Die Düsen können derart angeordnet sein, dass der Gasstrom in eine Richtung senkrecht zur Oberfläche der Schmelze geleitet wird oder hin zur Oberfläche der
20 Schmelze mit einer Richtungskomponente hin zu einer Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls oder hin zur Oberfläche der Schmelze mit einer Richtungskomponente weg von der Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls.

- 25 Vorzugsweise sind die Düsen derart angeordnet, dass der Gasstrom benachbarter Düsen in jeweils unterschiedliche Richtungen geleitet wird, beispielsweise abwechselnd in zwei oder drei der drei vorstehend benannten Richtungen, also beispielsweise abwechselnd in Richtung senkrecht zur Oberfläche der Schmelze und in Richtung hin zur Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls oder
30 abwechselnd in Richtung hin zur Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls und in Richtung weg von der Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls.

Besonders bevorzugt ist es, die Düsen schwenkbar auszuführen und deren Austrittsöffnungen vor dem Einbau des Hitzeschilds so auszurichten, dass die Düsen

während des Ziehens des zylindrischen Abschnitts eine gewünschte Anordnung einnehmen.

Das Leiten des Gasstroms zur Oberfläche der Schmelze während des Ziehens des zylindrischen Abschnitts des Einkristalls kann permanent oder zeitweise erfolgen. Sollte die Schmelze zu Beginn des Ziehens des zylindrischen Abschnitts des Einkristalls vergleichsweise wenig oder keinen Dotierstoff enthalten, wird der Gasstrom zu diesem Zeitpunkt zur Oberfläche der Schmelze geleitet. Die Volumengeschwindigkeit des Gasstroms kann gleichbleibend oder wechselnd eingestellt sein. Beispielsweise kann die Volumengeschwindigkeit des Gasstroms mit zunehmender Kristallisation des Einkristalls verringert werden, um die Anreicherung von Dotierstoff in der Schmelze durch Segregation auszugleichen.

Der Dotierstoff besteht vorzugsweise aus einem oder mehreren der Elemente Phosphor, Arsen und Antimon, die in einer Einrichtung zum Sublimieren von Dotierstoff (Sublimations-Einrichtung) in gasförmigen Zustand versetzt werden. Es ist aber auch nicht ausgeschlossen, Dotierstoff von einer oder mehreren chemischen Verbindungen dieser Elemente einzusetzen, die bereits gasförmig sind, beispielsweise von Verbindungen dieser Elemente mit Wasserstoff. In diesem Fall wird die Sublimations-Einrichtung nur dazu verwendet, um Dotierstoffgas und Trägergas zu mischen.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine Vorrichtung zur Herstellung eines Einkristalls aus Silizium, der mit Dotierstoff vom n-Typ dotiert ist und in einem zylindrischen Abschnitt einen spezifischen elektrischen Widerstand von nicht mehr als 2mOhmcm aufweist, umfassend

- eine Ziehkammer zum Ziehen des Einkristalls gemäß der CZ-Methode;
- einen Tiegel zur Aufnahme einer Schmelze aus Silizium;
- einen Hitzeschild zum Abschirmen eines wachsenden Einkristalls;
- eine Sublimations-Einrichtung zum Überführen von festem Dotierstoff in gasförmigen Dotierstoff, und ein Rohrleitungssystem zum Zuführen eines den gasförmigen Dotierstoff enthaltenden Gasstroms zu einer Oberfläche der Schmelze, dadurch gekennzeichnet, dass die Sublimations-Einrichtung außerhalb der Ziehkammer angeordnet ist und das Rohrleitungssystem durch den Hitzeschild oder entlang einer äußeren Oberfläche des Hitzeschildes führt und in einem Ringkanal am

unteren Ende des Hitzeschilds mündet, und der Ringkanal Düsen zum Leiten des Gasstroms zur Oberfläche der Schmelze aufweist.

Der Ringkanal und die Düsen bestehen vorzugsweise aus einem besonders
5 korrosionsbeständigem Material wie beispielsweise Molybdän, ebenso wie zumindest der Teil des Rohrleitungssystems, dessen Abstand zur Oberfläche der Schmelze nicht mehr als 200 mm beträgt.

Außerhalb der Ziehkammer ist eine Sublimations-Einrichtung angeordnet, die einen
10 Behälter für Dotierstoff und eine ihn umgebende Behälterheizung umfasst. Die Behälterheizung kann über mehrere getrennt steuerbare Heizzonen verfügen, was die Kontrolle über die Menge an sublimierende Dotierstoff verbessert. Darüber hinaus ist eine Wägezelle vorhanden, die die Änderung des Gewichts des Inhalts des Behälters während des Ziehens des Einkristalls erfasst. Aus diesen Informationen lässt sich der
15 Verbrauch des Dotierstoffs ermitteln und die weitere Zufuhr von Dotierstoff zur Schmelze gezielt steuern. Anstelle der oder zusätzlich zur Wägezelle kann entweder eine Kamera mit Bildverarbeitung vorgesehen sein, mit deren Hilfe der Verbrauch an Dotierstoff bestimmt wird, oder zum selben Zweck ein Strömungsmesser im Teil des Rohrleitungssystems, das sich außerhalb der Ziehkammer befindet.

20 Eingangsseitig ist die Sublimations-Einrichtung mit einem Durchflussregler verbunden, mit dessen Hilfe Trägergas und Dotierstoffgas in der Sublimations-Einrichtung gemischt und in die Ziehkammer geleitet werden. Ausgangsseitig verbindet ein Teil des Rohrleitungssystems die Sublimations-Einrichtung mit einem
25 Flansch an der Außenwand der Ziehkammer. Von dort führt das Rohrleitungssystem weiter bis zu einem Ringkanal am unteren Ende eines Hitzeschilds, der den wachsenden Einkristall umgibt. Der Hitzeschild ist feststehend relativ zur Oberfläche der Schmelze montiert.

30 Es sollte verhindert werden, dass sich sublimierter Dotierstoff im Rohrleitungssystem als Feststoff niederschlägt. Es ist daher bevorzugt, den Teil des Rohrleitungssystems, der zwischen der Sublimations-Einrichtung und der Ziehkammer angeordnet ist, inklusive des Bereichs des Flansches an der Außenwand der Ziehkammer, thermisch zu isolieren oder bereichsweise oder vollständig mit einer Rohrleitungsheizung zu
35 versehen und mittels dieser von außen zu erhitzen.

Der Durchflussregler, die Wägezelle und die Behälterheizung sind vorzugsweise an eine Regelungsvorrichtung der Vorrichtung zum Ziehen des Einkristalls angeschlossen. Sie verarbeitet deren Daten und regelt die Heizleistung der
5 Behälterheizung und die Abgabe an Trägergas durch den Durchflussregler, um eine vorbestimmte oder im Zuge eines Regelkreises errechnete Dotierstoffzufuhr zur Schmelze zu gewährleisten.

Gemäß einer ersten Ausgestaltung der Erfindung führt das Rohrleitungssystem weiter
10 durch den Hitzeschild bis zum Ringkanal. Gemäß einer zweiten Ausgestaltung der Erfindung führt das Rohrleitungssystem weiter entlang der äußeren Oberfläche des Hitzeschildes bis zum Ringkanal.

Über die untere Seite des Ringkanals sind Düsen gleichmäßig verteilt, die zur
15 Oberfläche der Schmelze weisen. Die Anzahl der Düsen beträgt vorzugsweise 4 bis 100 Düsen. Die Düsen sind in vorbestimmter Weise angeordnet. Eine mögliche Anordnung sieht vor, dass alle Düsen senkrecht zur Oberfläche der Schmelze ausgerichtet sind, so dass der Gasstrom nahezu im rechten Winkel auf die Oberfläche der Schmelze auftrifft. Eine weitere Anordnung sieht vor, dass die Düsen radial zum
20 Einkristall hin gekippt ausgerichtet sind, also mit einer Richtungskomponente hin zu einer Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls. Eine weitere Anordnung sieht vor, dass die Düsen radial vom Einkristall weggekippt ausgerichtet sind, also mit einer Richtungskomponente weg von der Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls.

25 Besonders bevorzugt ist eine Anordnung, bei der die Ausrichtung benachbarter Düsen unterschiedlich ist, beispielsweise eine solche, bei der sich die Ausrichtung der Düsen abwechselt zwischen der Anordnung senkrecht zur Oberfläche, der gekippten Anordnung hin zum Einkristall und der gekippten Anordnung weg vom Einkristall.

30 Die Erfindung wird nachfolgend unter Bezugnahme auf Zeichnungen weiter erläutert.

Kurzbeschreibung der Figuren

35 **Fig. 1** zeigt eine Vorrichtung gemäß einer ersten Ausgestaltung der Erfindung.

Fig. 2 zeigt eine Vorrichtung gemäß einer zweiten Ausgestaltung der Erfindung.

Fig. 3 zeigt mögliche Anordnungen der Düsen, die vom Ringkanal zur Oberfläche der Schmelze gerichtet sind.

5 **Liste der verwendeten Bezugszeichen**

	1	wachsender Einkristall
	2	Ziehkammer
	3	Wärmedämmung
10	4	Gaseinlass
	5	Gasauslass
	6	Tiegelheizer
	7	Ringkanal
	8	äußerer Tiegel
15	9	innerer Tiegel
	10	Hitzeschild
	11	Rohrleitungssystem
	12	Tiegelwellenantrieb
	13	Tiegelwelle
20	14	Ziehwellen
	15	Ziehwellenantrieb
	16	Keimkristallhalter
	17	Keimkristall
	18	Einrichtung zum Erzeugen eines Magnetfelds
25	19	Regelungsvorrichtung
	20	Oberfläche der Schmelze
	21	Einrichtung zum Sublimieren von Dotierstoff
	22	Düse
	23	Behälter für Dotierstoff
30	24	Behälterheizung
	25	Wägezelle
	26	Durchflussregler
	27	Trärgas

28 Achse durch die Mitte des wachsenden Einkristalls

29 Rohrleitungsheizung

Die Vorrichtung gemäß Fig.1 umfasst eine Ziehkammer 2, die einen inneren Tiegel 9
5 beherbergt, der mit Hilfe einer Tiegelwelle 13 gedreht, angehoben und abgesenkt
werden kann. Der innere Tiegel 9 wird von einem äußeren Tiegel 8 gestützt. Die
Tiegelwelle 13 wird durch einen Tiegelwellenantrieb 12 in Bewegung versetzt, der an
eine Regelungsvorrichtung 19 der Vorrichtung zum Ziehen des Einkristalls
angeschlossen ist. Eine Wärmedämmung 3 schirmt die innere Wand der Ziehkammer
10 von Wärmestrahlung ab, die ein Tiegelheizer 6 abgibt, der um die Tiegel 8, 9
angeordnet ist. Die Ziehkammer 2 umfasst des Weiteren einen Gaseinlass 4 und
einen Gasauslass 5 zum Durchleiten eines Prozessgases wie Argon oder eines
Prozessgasgemisches wie Argon und Wasserstoff während des Ziehens eines
Einkristalls. Ein Hitzeschild 10, der feststehend montiert ist, umgibt während des
15 Betriebs der Vorrichtung einen wachsenden Einkristall 1. Der Einkristall 1 wächst an
einem Keimkristall 17, der in einem Keimkristallhalter 16 eingespannt ist, und wird mit
Hilfe eines Ziehmechanismus, beispielsweise einer Ziehwellen 14 und eines
Ziehwellenantriebs 15 von der Oberfläche 20 einer Schmelze aus Silizium nach oben
gezogen und währenddessen um die Achse 28 durch seine Mitte gedreht. Die
20 Ziehkammer 2 ist von einer Einrichtung 18 zum Erzeugen eines Magnetfelds,
beispielsweise eines horizontalen Magnetfelds oder eine CUSP-Magnetfelds
umgeben.

Erfindungsgemäß ist vorgesehen, außerhalb der Ziehkammer 2 eine Einrichtung 21
25 zum Sublimieren von Dotierstoff (Sublimations-Einrichtung) anzuordnen und sie mit
einem Rohrleitungssystem 11 zu verbinden, das Dotierstoff, der in der Sublimations-
Einrichtung 21 in gasförmigen Zustand überführt wurde, in Form eines Gasstroms, der
den gasförmigen Dotierstoff und ein Trägergas 27 enthält, in einen Ringkanal 7 und
von dort durch Düsen 22 zur Oberfläche 20 der Schmelze leitet. Der Ringkanal ist am
30 unteren Ende des Hitzeschilds 10 angeordnet. Die Sublimations-Einrichtung 21
umfasst einen Behälter 23 für Dotierstoff, eine Behälterheizung 24 und eine
Wägezelle 25. Die Behälterheizung 24, die Wägezelle und ein Durchflussregler 26,
durch den das Trägergas dem gasförmigen Dotierstoff zugeführt wird, sind an die
Regelungsvorrichtung 19 angeschlossen. Vorzugsweise ist um das
35 Rohrleitungssystem 11 im Bereich außerhalb der Ziehkammer 2 bereichsweise oder

vollständig eine Rohrleitungsheizung 29 zum Erhitzen des Rohrleitungssystems 11 angeordnet.

5 Gemäß der in Fig.1 gezeigten Ausführungsform führt das Rohrleitungssystem 11 durch den Hitzeschild 19 und mündet in den Ringkanal 7.

Gemäß der in Fig.2 gezeigten Ausführungsform führt das Rohrleitungssystem 11 entlang der äußeren Oberfläche des Hitzeschildes 19 in den Ringkanal 7.

10 Die Düsen 22 sind über die der Oberfläche der Schmelze gegenüberliegenden Seite des Ringkanals 7 verteilt angeordnet, vorzugsweise mit gleichmäßigem Abstand, und zur Oberfläche 20 der Schmelze gerichtet, entweder nur mit einer Richtungskomponente parallel zur Achse 28 durch die Mitte des wachsenden Einkristalls oder mit einer zusätzlichen Richtungskomponente hin zu dieser Achse
15 oder mit einer zusätzlichen Richtungskomponente weg von dieser Achse. Fig.3 zeigt Beispiele solcher Anordnungen der Düse. Besonders bevorzugt ist eine Anordnung der Düsen, die abwechselnd zwei oder drei dieser drei Möglichkeiten umsetzt.

Die vorstehende Beschreibung beispielhafter Ausführungsformen ist exemplarisch zu
20 verstehen. Die damit erfolgte Offenbarung ermöglicht es dem Fachmann einerseits, die vorliegende Erfindung und die damit verbundenen Vorteile zu verstehen, und umfasst andererseits im Verständnis des Fachmanns auch offensichtliche Abänderungen und Modifikationen der beschriebenen Strukturen und Verfahren.
Daher sollen alle derartigen Abänderungen und Modifikationen sowie Äquivalente
25 durch den Schutzbereich der Ansprüche abgedeckt sein.