



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 253 706 A1

4(51) H 01 L 21/322

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP H 01 L / 296 407 4	(22)	19.11.86	(44)	27.01.88
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Spurenmetalle Freiberg im VEB Kombinat Mikroelektronik, Post Hilbersdorf, 9206, DD
(72)	Reichel, Johannes, Dr. rer. nat. Dipl.-Phys.; Sevcik, Sieglinde; Lange, Wolfram, Dipl.-Metall.; Kirscht, Fritz-G., Dr. rer. nat. Dipl.-Kristallogr.; Wenzek, Rainer, Dr.-Ing. Dipl.-Ing., DD

(54)	Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten
------	---

(55) Silicium-Substratscheibe, Polieren chemisch-mechanisch, Polierdruck, Temperaturerhöhung, Polierplatte, Defektbildungsförderung, Ethylendiamin

(57) Das Ziel der Erfindung, ein Verfahren für die Herstellung von Silicium-Substraten mit verbesserten Eigenschaften für ihren Einsatz in Bauelementetechnologien zu entwickeln, wird dadurch erreicht, daß beim chemisch-mechanischen Polieren der Substratscheibe, welches nach einem oder mehreren der bekannten Bearbeitungsschritte, Trennschleifen, Läppen oder Ätzen, erfolgt, der Polierdruck und/oder die Temperatur der Polierplatte und/oder des Scheibenträgers im Vergleich zu üblichen Bearbeitungsparametern erhöht werden und/oder ein die Defektbildung fördernder Polierzusatz, beispielsweise Ethylendiamin, verwendet wird. Letzteres wird dabei direkt oder in Form eines Poliermittelgemisches auf das Poliertuch getropft. Als Substratmaterial werden sowohl n-leitende, auch neutronendotierte, als auch p-leitende Scheiben, letztere vorzugsweise mit einem spezifischen Widerstand größer 150 Ohm cm, verwendet. Die auf Basis der erfinderischen Lösung aufgebauten Bauelemente weisen bessere elektrische Eigenschaften infolge innerer Getterung auf.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten unter Anwendung bekannter Prozeßschritte, wie Trennschleifen, Läppen, Ätzen, Polieren, **gekennzeichnet dadurch**, daß beim chemisch-mechanischen Polieren der Substratscheibe, welches entweder nach dem Bearbeitungsschritt Trennschleifen oder nach dem Bearbeitungsschritt Läppen oder nach dem Bearbeitungsschritt Ätzen erfolgt, der Polierdruck und/oder die Temperatur der Polierplatte und/oder des Scheibenträgers im Vergleich zu üblichen Bearbeitungsparametern erhöht werden und/oder ein die Defektbildung fördernder Polierzusatz, vorzugsweise Ethylendiamin, verwendet wird.
2. Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß Ethylendiamin, vorzugsweise in einer Konzentration von 0,2%, dem aus Kieselöl, Kalilauge und Wasser bestehenden Gemisch zugesetzt wird.
3. Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß Ethylendiamin direkt auf das Poliertuch, vorzugsweise in Form einer fünfprozentigen Lösung und mit einer Zuflußgeschwindigkeit von 10% im Verhältnis zu der des Poliermittels, aufgetropft wird.
4. Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß Ethylendiamin dem aus Kieselöl, Kalilauge und Wasser bestehenden Gemisch, vorzugsweise in einer Konzentration von 0,3%, zugesetzt und Ethylendiamin, vorzugsweise in Form einer fünfprozentigen Lösung und mit einer Zuflußgeschwindigkeit von 10% im Verhältnis zu der des Poliermittels, direkt auf das Poliertuch aufgetropft wird.
5. Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Substratmaterial n-leitende, insbesondere auch neutronendotierte Scheiben verwendet werden.
6. Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Substratmaterial p-leitende Scheiben verwendet werden, vorzugsweise mit einem spezifischen Widerstand oberhalb 150 Ohm cm.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft die Herstellung von Silicium-Substraten, die in Form von Scheiben für die Herstellung elektronischer Bauelemente eingesetzt werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Herstellung von Silicium-Substraten aus Zonenfloating- und Czochralski-Kristallen ist folgende Bearbeitungsfolge typisch:

- (1) Trennschleifen
- (2) Läppen
- (3) Ätzen
- (4) Polieren

Sie wird vorzugsweise zur Erzeugung frontseitig hochebener Oberflächen ausgeführt.

Als Bearbeitungsschritt (4) hat sich allgemein ein chemisch-mechanisches Polieren durchgesetzt, wobei die Frontseiten der Silicium-Substrate auf einem mit Kieselöl-Kalilauge-Gemisch als Poliermedium getränkten Poliertuch unter Druck bewegt werden. Dabei wird für eine gute Kühlung der mit dem Poliertuch versehenen Polierplatte und des Substratträgers, vorzugsweise mit Kühlwasser, gesorgt. Dieses Verfahren ist weitgehend bekannt. Bei der Durchführung läßt sich nicht immer eine genügend hohe Abtragsgeschwindigkeit und eine gute Qualität der Scheibenoberfläche erzielen. Um eine genügend hohe Abtragsgeschwindigkeit ohne Beeinträchtigung der Qualität der polierten Halbleiteroberfläche zu erreichen, wurden definiert Zusätze, wie Amine, dem Poliermittel zugegeben (WP 125 140), wobei jedoch als Nachteil Mikrodefekte unter der polierten Oberfläche entstehen. Bisher wird der Polierprozeß so geführt, daß nur wenig oder keine Mikrodefekte entstehen (K. Kugimiya, Characterization of Mechano-chemically Polished [111] Surface of Silicon Crystal by Diffuse X-Ray Scattering, J. Appl. Phys. 54 [1983] 2706). Deshalb werden meist nur wenig oder keine Polierzusätze eingesetzt.

Zur Erzeugung von zusätzlich rückseitig getterfähigen Oberflächen unterbleibt entweder der Bearbeitungsschritt (3), oder nach dem Bearbeitungsschritt (4) werden auf der Rückseite mechanische Störungen (5) oder getterfähige Schichten (6) aufgebracht. Im Falle von Czochralski-Silicium wird zusätzlich eine Wärmebehandlung bei $T \approx 650^\circ\text{C}$ mit einer Dauer von 5 bis 15 Minuten nach oder bis zwei Stunden vor dem Bearbeitungsschritt (1) ausgeführt, um züchtungsinduzierte Sauerstoff-Thermodonatoren (C. S. Fuller and R. A. Logan, Journ. of Appl. Phys. 28, [1957] p. 1427-1436) zu vernichten. Eine in die Bearbeitungsfolge der Scheibenpräparation integrierte Hochtemperatur-Wärmebehandlung zum Zwecke zusätzlicher Scheibenreinigung wird ebenfalls angegeben (JP 59-25231, EP 0094302). Nachteilig hierbei ist, daß bei nachfolgender Kontamination im Zusammenhang mit dem Einsatz derartiger Scheiben in Bauelementetechnologien keine in-situ-Reinigung infolge Kontaminationsgetterung möglich ist. Dies trifft auch zu auf eine andere Verfahrensweise, bei der vor der Frontseitenpolitur von Substratscheiben eine Dispersionsbehandlung für Sauerstoff bei Temperaturen im Bereich 1300°C bis 1400°C ausgeführt wird (JP 59-119842).

Ein zusätzlicher Nachteil liegt hier in der Gefahr, mit einer solchen Wärmebehandlung bereits eine zu hohe Konzentration von Verunreinigungen in die Scheiben einzuschleppen.

Die zur Realisierung innerer Getterung notwendigen Volumendefekte auf der Basis von Sauerstoff (Czochralski-Silicium) sowie defektverarmte Oberflächenbereiche von Prozessscheiben werden im allgemeinen mittels mehrstufiger Wärmebehandlung unmittelbar vor oder in Verknüpfung mit Hochtemperatur-Prozessschritten von Bauelementetechnologien erzeugt. Hierzu wird interstitieller Sauerstoff O_i im Scheibenvolumen durch eine Nukleations-Wärmebehandlung im Temperaturbereich 450°C bis 850°C zur Präzipitation angeregt, in oberflächennahen Scheibenbereichen jedoch bei $T \geq 1000^\circ\text{C}$ ausdiffundiert.

Insbesondere Langzeit-Nukleationsbehandlungen im Temperaturbereich 550°C bis 800°C führen zur Bildung unerwünschter sauerstoffbedingter „New Donors“ (A. Kanamori and M. Kanamori, J. appl. Phys. Vol. 50, P. 8095, 1979). Beschrieben ist eine Reihe von Wärmebehandlungen, basierend auf einer Temperaturfolge niedrig $\rightarrow$ hoch (JP 58-116741, USP 4376657, JP 58-159334, JP 59-202640, JP 59-61932), wobei diese Wärmebehandlungsschritte jeweils entweder separat oder in Verknüpfung ausgeführt werden. In letzterem Fall werden definierte Aufheiz- und Abkühlraten angegeben, die effektive Nukleation — langsames Aufheizen und/oder Abkühlen — oder effektive Keimauflösung — schnelles Aufheizen — bewirken sollen (zum Beispiel USP 4437922) und so eine Steuerung des Defektprofils ermöglichen, insbesondere unter Einbeziehung der jeweils realisierten Temperaturen von Wärmebehandlungsschritten.

Für Zonenfloating-Silicium wird ebenfalls eine mehrstufige Wärmebehandlung zur Steuerung von Defektbildung im Scheibenvolumen sowie von Defektverarmung an Scheibenoberflächen angegeben (K. Nauka, J. Lagowski, C. Gatos, Nat. Res. Symp. Proc. Vol. 36, p. 175, 1985). Die hier dargestellten Versuchsergebnisse werden interpretiert als Resultat von Präzipitation beziehungsweise Ausdiffusion von interstitiellen Silicium-Atomen, analog zu Sauerstoff bei Czochralski-Silicium. Nachteilig sind der hohe zeitliche Aufwand, hauptsächlich infolge der Nukleationsbehandlung, sowie die Notwendigkeit eines Hochtemperatur-Ausdiffusionsschrittes vor eingestellter Getterfähigkeit, zur Realisierung von defektverarmten Oberflächenbereichen. Als weiterer Nachteil ist zu verzeichnen, daß nachhaltige Gettereffizienz erst mit einer Defektwachstumsphase bei $T \geq 1000^\circ\text{C}$ vorliegt. Letzteres trifft auch für die Gettereffizienz im Falle von Czochralski-Silicium zu.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren für die Herstellung von Silicium-Substraten mit verbesserten Eigenschaften für ihren Einsatz in Bauelementetechnologien zur Qualitätsverbesserung und Ausbeuteerhöhung elektronischer Bauelemente zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung von Silicium-Substraten auf der Basis von Zonenfloatin- und Czochralski-Silicium anzugeben, das es ermöglicht, defekthaltige Substratscheiben herzustellen, die im Verlaufe von Bauelementetechnologien mit Prozessschritten bei $T \geq 850^\circ\text{C}$ getterfähige Volumendefekte ausbilden.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß beim chemisch-mechanischen Polieren der Substratscheiben, welche entweder nach dem Bearbeitungsschritt Läppen oder nach dem Bearbeitungsschritt Ätzen erfolgt, der Polierdruck und/oder die Temperatur der Polierplatte und/oder des Scheibenträgers erhöht werden und/oder ein Zusatz zur Erhöhung der Poliertrate, vorzugsweise Ethylendiamin, dem Poliermittel zugesetzt und/oder der Polierplatte separat zugeführt wird. Dabei entstehen im Oberflächenbereich der Frontseite Punkdefekte, die ins Scheibeninnere diffundieren und sich, besonders ausgeprägt in n-Silicium, in einer zur Rückseite hin abnehmenden Konzentration ausscheiden, so daß bis zu einer Tiefe von etwa 200 μm eine mit Strukturdefekten versehene Zone ausgebildet wird. Dies gilt prinzipiell auch für n-leitendes Silicium, vorzugsweise für hochohmiges Material mit einem spezifischen Widerstand oberhalb von 150 Ohm cm. Werden derartig präparierte Scheiben in Technologien zur Herstellung von mikroelektronischen oder Leistungsbauelementen eingesetzt, so bildet sich infolge thermischer Prozessschritte eine oberflächennahe defektverarmte Zone in Verbindung mit der Entwicklung von getterfähigen Volumendefekten aus.

Damit wird erreicht, daß bereits durch Änderung der Bearbeitungsparameter getterfähige Substratscheiben für unterschiedliche Bauelementeprozesse bereitgestellt werden, in weiten Grenzen unabhängig vom Züchtungsverfahren des Ausgangsmaterials für die Substratscheiben.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an Hand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

Beidseitig störfrei geätzte Siliciumscheiben aus Phosphordotierten, nach dem Zonenfloating-Verfahren gezogenen Einkristallen mit einem Durchmesser von 76 mm und einem spezifischen Widerstand von 10 bis 20 Ohm cm werden einseitig chemisch-mechanisch poliert. Der spezifische Polierdruck beträgt 50 kPa, die Temperatur der Poliertuchoberfläche 50°C, und es wird zusätzlich zum Poliergemisch aus Kieselsol, Kalilauge und Wasser auf die Polierplatte eine fünfprozentige Ethylendiamin-Lösung aufgetropft, wobei die Zuflußgeschwindigkeit im Verhältnis zu der des Poliermittels 10% beträgt. Der Polierabtrag beträgt 30 μm . Nach dem Polierprozeß werden die Scheiben von der Trägerplatte abgesprengt und nach herkömmlichen Verfahren gereinigt. Die so hergestellten Substratscheiben besitzen 20 bis 30 μm unter der polierten Oberfläche Mikrodefekte in einer Dichte von 10^6 cm^{-2} , die mittels selektiver Ätzung sichtbar gemacht werden können. Dabei erscheinen sie bei mikroskopischer Betrachtung als Hügel von einigen Mikrometern Durchmesser. Die Dichte dieser Mikrodefekte nimmt in Richtung der Scheibenrückseite ab und geht bei etwa 200 μm gegen Null.

Derartige Scheiben werden zur Herstellung von Leistungsbauelementen verwendet, wobei der erste Prozeßschritt der Technologie, bei 1100°C unter oxydierenden Bedingungen ausgeführt, zur Ausbildung einer defektverarmten Oberflächenzone in Verbindung mit weiterem Wachstum der mit der Scheibenpräparation gebildeten Defekte beziehungsweise Defektkeime im darunterliegenden Scheibenvolumen führt. Die so aufgebauten Bauelemente weisen verbesserte elektrische Eigenschaften infolge innerer Getterung auf.