

借助硅片减薄重掺硅间隙氧含量 低温(10K)红外测量

王启元 王 俊 韩秀峰 邓惠芳 王建华
谷育德 蔡田海 郁元桓 林兰英

(中国科学院半导体研究所 北京 100083)

摘要 本文首次报道了一种新颖的重掺硅中间隙氧含量测量技术,通过硅片减薄并采用低温红外透射测量,明显降低了重掺硅自由载流子吸收的严重干扰,提高了红外吸收峰信噪比,在 1136cm^{-1} 附近得到了明显的 Si—O 键红外吸收峰,从而可以准确地测量重掺硅间隙氧含量. 实验结果表明:该测量方法具有很高的测量准确度和更宽泛的电阻率应用范围. 对于重掺 n 型硅,其测量应用范围可扩展至电阻率 $1 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ (自由载流子浓度高达 $4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$).

PACC: 3320E, 6170W, 7850

1 引言

氧是直拉 CZ 硅单晶中最主要的杂质之一. 硅中间隙氧不仅影响硅单晶片的本征吸杂能力而且直接影响硅片的机械强度和诸如电阻率、热施主等电特性. 随着 CMOS 集成技术中 P/P⁺、N/N⁺ 硅外延片广泛使用,人们经常采用本征吸杂技术以改进硅外延片质量和 IC 器件成品率^[1],因而重掺硅衬底中氧含量及氧行为在技术上尤为关键. 特别是本征吸杂效率以及硅片的机械强度都与硅中间隙氧含量有关,因此在 VLSI 和 ULSI 集成技术应用中重掺硅中间隙氧含量精确测量和控制变得十分重要.

间隙氧含量是影响本征吸杂行为重要参数,近年来,人们发展了许多氧含量的测量技术:如二次离子质谱(SIMS)、带电粒子活化分析(CPAA)、光活化分析(PAA)、气体熔融分析(GFA)和最常用的傅里叶变换红外分析(FTIR)方法.

傅里叶变换红外吸收^[2]作为一种非破坏性、低廉和准确的硅中间隙氧常规测量技术得到了广泛应用. 该方法主要通过测量室温(300K)下 Si—O—Si 键非对称性振动相应的 1106cm^{-1} 红外吸收峰的强度,进而得到硅中间隙氧含量. 然而对于电阻率低于 $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$ 重掺硅(载流子浓度 $> 10^{17} \text{cm}^{-3}$),采用标准厚度硅片上红外吸收测量方法受到限制. 主要问题来源于重掺硅中与频率有关的(正比于 γ^{-2})高浓度自由载流子强烈红外吸收,这种效应

王启元 男,1964年生,助理研究员,从事半导体硅材料生长及材料物理研究
1996年7月11日收到初稿,1996年9月17日收到修改稿

使得红外吸收谱基线产生弯曲,覆盖了相对较弱的间隙氧红外吸收峰,同时使得透射率显著降低甚至接近于0(红外不透过).因而重掺硅中间隙氧含量测量变得十分困难,与此相关的重掺硅中有关间隙氧行为的信息很有限.

近年来,鉴于红外吸收方法固有的优点,特别针对自由载流子吸收的影响,人们发展了许多与红外吸收结合的改进的重掺硅中间隙氧含量测量方法和技术.如电子辐照或快中子辐照的红外吸收技术^[3-5],通过电子或快中子辐照,高浓度自由载流子被辐照诱导产生的各种缺陷(如VO)所捕获,电阻率增加,从而实现红外吸收测氧,不过为达到一定高的辐照剂量,通常所用辐照周期较长.Oates^[6]等人提出了“线性短基线”红外吸收校准测量方法,通过一套详细校准程序,降低了测氧误差.Borghesi^[7]等人新近又发展了Oates“线性短基线”技术,根据自由载流子吸收的模拟计算,提出了“弯曲基线”校准技术,该方法只需更简单分析程序,特别适合计算机辅助的常规测量,但其物理背景有待进一步澄清.

本文首次提出并报道了硅片减薄工艺结合低温(10K)红外透射测量Si-O吸收峰并测定重掺硅中间隙氧含量的新技术.与其它改进红外吸收测氧技术相比,该技术不是着眼于基线的校准计算方法,而是通过硅片减薄并采用低温红外透射测量,从根本上显著降低并尽量消除高浓度自由载流子吸收的严重影响,提高了红外透射率,从而提高了红外吸收峰信噪比,在 1136cm^{-1} 附近得到了明显Si-O红外吸收峰,使得重掺硅红外测氧准确度很高.实验结果表明:对n型硅,该技术可以成功地测量电阻率 $1\times 10^{-2}\Omega\cdot\text{cm}$ 或更低的重掺硅中间隙氧含量.

2 实验

2.1 超薄硅片样品制备

实验上采用的原始样品为 $\Phi(2\sim 4)$ ”直拉n型重掺锑硅单晶片,厚度为 $500\sim 600\mu\text{m}$,电阻率为 $(1\sim 1.5)\times 10^{-2}\Omega\cdot\text{cm}$.先将硅片解理成 $15\times 15\text{mm}$ 小方块,通过机械减薄及机械化学双面抛光制成 $65\sim 215\mu\text{m}$ 不同厚度的超薄硅片样品(见表1).红外测量之前,将制备好的薄硅片样品清洁处理,最后用稀HF溶液浸泡数分钟以消除硅表面天然 SiO_2 层对红外测氧的影响.

表1 减薄的n型重掺硅样品中间隙氧含量低温10K测量数据

样品编号	电阻率/ $(10^{-3}\Omega\cdot\text{cm})$	掺杂浓度/ 10^{17}cm^{-3}	厚度/ μm	氧含量/ 10^{17}cm^{-3} *
A-2	14.0	24.4	215	5.10
A-7	13.7	27.5	200	6.09
A-4	12.5	31.8	110	5.47
B-1	11.0	38.2	97	7.87
B-1	11.0	38.2	85	7.77
B-2	10.3	42.0	65	3.96

* 仪器分辨率 0.5cm^{-1} ,转换因子 $\chi_{10\text{K}}:1.79\times 10^{16}\text{cm}^{-2}$

2.2 低温(10K)红外吸收测量

系统的红外透射测量是在 Nicolet 170SX 傅里叶红外光谱仪上进行的,测量温度为10K,通过循环He气不断地冷却并保持样品温度恒定10K.红外谱仪的分辨率为 0.5cm^{-1} ,红外测量的频率范围为 $1104\sim 1160\text{cm}^{-1}$,红外吸收系数转化为氧含量所采用的转换因子为 $1.79\times 10^{16}\text{cm}^{-2}$.

3 结果与讨论

3.1 低温(10K)红外吸收光谱

图 1 为 A. Borghesi 等人^[7]给出的典型室温下重掺硅样品 1300~1000 cm^{-1} 波数范围内 1106 cm^{-1} 间隙氧红外吸收峰行为。值得注意的是,随着掺杂浓度增加,与频率有关的自由载流子吸收引起的基线线性弯曲度增加,与强烈的自由载流子吸收背景相比,1106 cm^{-1} 间隙氧红外吸收峰逐渐变得微弱,半峰宽很宽,通常的标准峰高计算方法失效,既使采用“线性短基线”或“弯曲基线”的自由载流子吸收校正计算方法,其测氧误差改进还是很有限的。

图(2~5)给出了不同厚度重掺薄硅片 10K 低温下的红外吸收光谱。当硅样品从室温连续冷却降温至 10K 时,对于重掺硅原本半峰宽很宽的 1106 cm^{-1} 间隙氧红外吸收峰发生了劈裂,并且吸收峰向高能方向移动。最强的吸收峰移至 1136.4 cm^{-1} ,吸收峰很锐,其半峰宽为 0.7 cm^{-1} 左右,同时形成了强度较弱的两个卫星峰,分别位于 1134.5 cm^{-1} 和 1132.7 cm^{-1} ,这是由于硅的另两个不同的同位素 Si^{29} 和 Si^{30} 引起的。该实验结果表明:由于采用了超薄硅样品结合低温红外测量,明显减少了自由载流子红外吸收强度,增加了总的透射率,相对大幅度提高了红外吸收峰信噪比,使间隙氧红外吸收变得尖锐和明显,这样测得红外吸收峰从根本上显著减少或消除了自由载流子吸收严重干扰,从而大大提高了测氧准确度,特别显示出该技术的优越性。

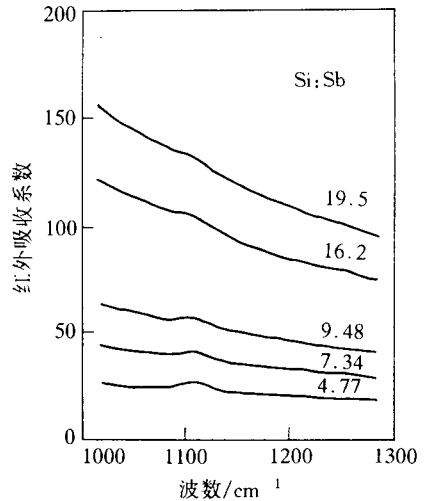


图 1 不同掺杂浓度(10^{17}cm^{-3}) n 型重掺硅样品室温下典型的 1106 cm^{-1} 间隙氧红外吸收光谱 (引自 A. Borghesi 文献^[7])

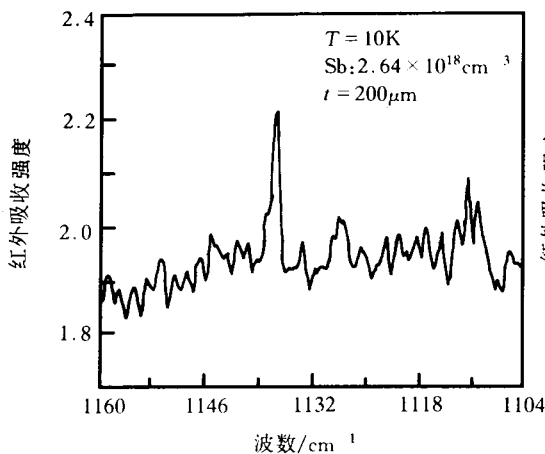


图 2 减薄的 n 型重掺硅样品 A-7 低温 10K 红外吸收光谱

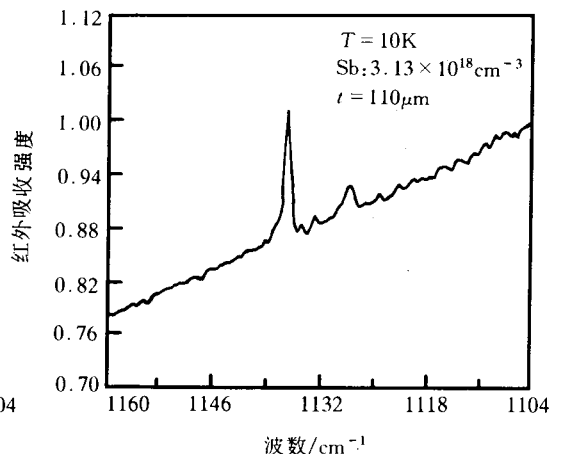


图 3 减薄的 n 型重掺硅样品 A-4 低温 10K 红外吸收光谱

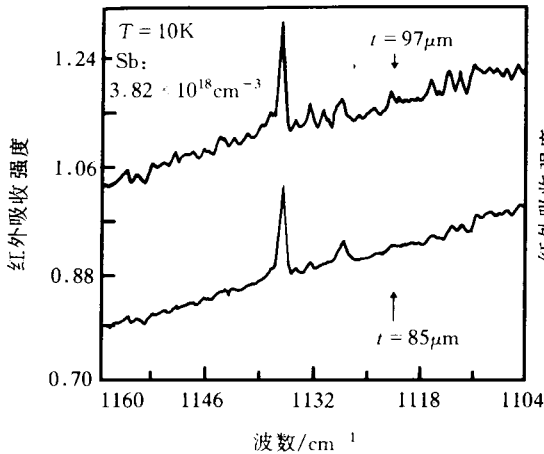


图 4 减薄的 n 型重掺硅样品 B-1
低温 10K 红外吸收光谱

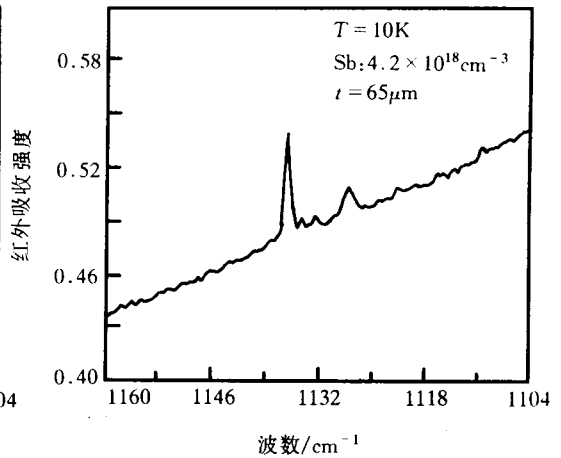


图 5 减薄的 n 型重掺硅样品 B-2
低温 10K 红外吸收光谱

3.2 硅样品厚度对低温红外吸收光谱影响

根据不同厚度重掺硅样品红外吸收光谱(图 2~5),可以发现,特别对于薄样品($< 200\mu\text{m}$),硅片厚度对红外吸收光谱有明显影响.当厚度 $\sim 200\mu\text{m}$ 时,虽然 1136.4cm^{-1} 附近间隙氧红外吸收峰十分明显,但总的说来信噪比较差;如果硅片厚度减薄一半至 $\sim 100\mu\text{m}$ 时,红外吸收峰信噪比明显改善(见图 3~4);当厚度继续减薄,信噪比进一步改善,特别对于厚度 $65\mu\text{m}$ 超薄样品,红外扫描次数虽然只有 200 次,但红外吸收光谱信噪比改善最为显著.由此说明,对于载流子浓度高达 $\sim 10^{18}\text{cm}^{-3}$ 重掺硅,通过硅片逐渐减薄,可以有效地减弱或抑制自由载流子吸收对红外测氧的影响.从实验中还发现,对于 n 型重掺硅,仍有很大潜力通过硅片减薄,进一步向电阻率更低方向扩展该技术应用范围.对于自由载流子浓度相同 p 型重掺硅(如 $4 \times 10^{18}\text{cm}^{-3}$),实现低温红外测量,所要求的样品厚度明显低于 n 型重掺硅片厚度,这可能由于 n 和 p 型重掺硅中电子和空穴不同自由载流子红外吸收机制造成的,这方面需要作进一步理论探讨.

3.3 间隙氧含量计算

对一系列不同氧含量中阻硅标准样品,进行室温(300K)和低温(10K)红外吸收校准实验,给定红外光谱仪的分辨率为 0.5cm^{-1} ,得到低温 10K 下氧含量红外转化因子:

$$C_{\text{ox}} = \chi_{10\text{K}} \alpha_{1136.4} \quad \text{其中: } \chi_{10\text{K}} = 1.79 \times 10^{16} \text{cm}^{-2}$$

表 1 给出了不同掺杂浓度 n 型重掺硅样品间隙氧含量数值.

4 结论

(1) 通过硅片减薄在超薄硅片上进行的低温 10K 红外透射测量,显著降低并尽量消除了重掺硅中自由载流子吸收严重干扰,提高了 1136cm^{-1} 附近间隙氧红外吸收峰的信噪比.

(2) 该技术具有很高的测氧准确度;对于 n 型硅,可以成功地快速测量电阻率 $1 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ 或更低的重掺硅间隙氧含量.

致谢 本工作在红外测量方面得到了电子部 46 所何秀坤先生大力支持与协助,特此致谢.

参 考 文 献

- [1] J. O. Borland and T. Deacon, *Solid State Technology*, 1984, **27**(11): 123~131.
- [2] 1981 Annual Book of ASTM Standards, Part 43 F121~80.
- [3] H. Tsuya, M. Kanamori, M. Takeda *et al.*, in "VLSI Sci. and Tech. 1985", eds W. M. Bullis and S. Broydo, The Electrochemical Society, Pennington, N. Y., 1985, 517~525.
- [4] 马震宇, 王启元, 管育德, 等, *半导体学报*, 1994, **15**(3): 217~221.
- [5] Q. Y. Wang, Z. Y. Ma, Y. D. Zan *et al.*, Proceedings of ICMPC'94 Conference, Nov. 7-11, Kunming, China, 1994, 144~147.
- [6] A. S. Oates and W. Lin, *J. Cryst. Growth*, 1988, **89**: 117~123.
- [7] A. Borghesi, M. Geddo, G. Guizzetti *et al.*, *J. Appl. Phys.*, 1990, **68**(4): 1655~1660.

Low Temperature 10K Infrared Measurement of Interstitial Oxygen in Heavily-Doped Silicon Via Wafer Thinning

Wang Qiyuan, Wang Jun, Han Xiufeng, Deng Huifang, Wang Jianhua,
Zan Yude, Cai Tianhai, Yu Yuanhuan and Lin Lanying

(Institute of Semiconductors, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083)

Received 11 July 1996, revised manuscript received 17 September 1996

Abstract A new technique is reported for rapid determination of interstitial oxygen (O_i) in heavily Sb-doped CZ silicon. This technique includes the application of wafer thinning and low temperature (10K) FTIR transmittance to measure Si—O infrared absorption band around 1136cm^{-1} . Mechanical wafer thinning combined with low temperature FTIR can markedly reduce the frequency-independent absorption by excess free carriers and increase the intensity of transmitted light. As a result, a high signal-to-noise ratio for O_i infrared absorption band is attained. Our results show that this method has a high reliability of measurement and can be used at resistivity down to $0.01\Omega \cdot \text{cm}$ for n-type heavily Sb-doped (up to $4 \times 10^{18}\text{cm}^{-3}$) silicon.

PACC: 3320E, 6170W, 7850