

NOTIZEN

Tiegelreies Ziehen von Silicium-Einkristallen

Von R. Emeis

Siemens-Schuckertwerke A. G., Laboratorium
Pretzfeld

(Z. Naturforsch. 9a, 67 [1954]; eingeg. am 28. Dez. 1953)

Für das Schmelzen von Silicium kennt man bisher noch kein Tiegelmaterial mit idealen Eigenschaften. Diese Schwierigkeit läßt sich vermeiden mit Hilfe eines Zonenziehverfahrens in senkrechter Anordnung, bei dem die flüssige Schmelzzone durch einen freistehenden, an beiden Enden eingespannten Siliciumstab geführt wird¹. Die flüssige Zone wird durch die relativ große Oberflächenspannung als Tropfen zwischen den beiden Stabenden gehalten.

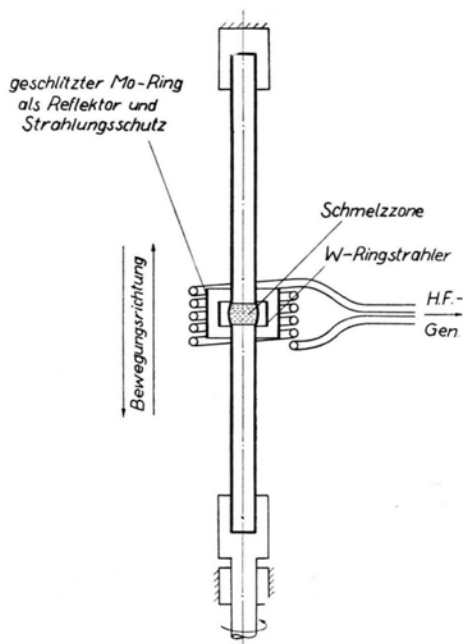


Abb. 1. Tiegelreies Schmelzen in senkrechter Anordnung.

Das Prinzip der Ziehapparatur ist in Abb. 1 dargestellt. Zum Erhitzen der Schmelzzone diente bei der vorliegenden Ausführung ein induktiv geheizter Ringstrahler aus Wolframblech. Der Ringstrahler wird in senkrechter Richtung bewegt. Damit kann die Schmelzzone sowohl auf- wie abwärts durch den Halbleiterstab gezogen werden. Es hat sich weiterhin als zweckmäßig erwiesen, die Halterung des unteren Stabendes (in achsialer Richtung) drehbar auszuführen.

¹ S. dazu auch P. H. Keck u. M. S. E. Golay, *Physic. Rev.* **89**, 1297 [1953].

* Abb. 2 auf Tafel S. 58b.

Als letztes Ergebnis der jetzt seit 12 Monaten laufenden Versuche ist es gelungen, Germanium- sowie Silicium-Einkristalle in dieser Apparatur ohne Anwendung eines Impfkristalls zu ziehen. Um die Vorteile des tiegellosen Arbeitens konsequent auszunutzen, wurden nach einem Vorschlag von Siebertz als Ausgangsmaterial Stäbe verwendet, die aus Siliciumpulver *gesintert* worden waren. Dadurch wird erreicht, daß das bei der Aufbereitung pulverförmig anfallende Reinsilicium auch vor dem Zonenziehen niemals bei Schmelztemperaturen mit Tiegelmaterial in Berührung kommt. Aus den Sinterstäben gewinnt man nach einigen Zonendurchgängen einen grobkristallinen, lunkerfreien Stab (Abb. 2* oben). Nach weiteren Zonendurchgängen setzen sich die größeren Kristallbereiche immer mehr durch, bis sich schließlich ein Einkristall ausbildet (Abb. 2 unten). Der Si-Stab ist einheitlich p-leitend. Der spezifische Widerstand von 0,02 Ω cm liegt noch relativ niedrig, da als Ausgangsmaterial zunächst nicht höchstgereinigtes, sondern Silicium (99,8%) der Firma Pechiney (Paris) verwendet wurde.

Der Einkristall ist in seinem Querschnitt nicht mehr rund wie der Si-Schmelzling anfangs, sondern annähernd sechseckig, was auf die [111]-Achse als ungefähre Wachstumsrichtung schließen läßt. Eine genauere Orientierung wurde mit Hilfe der Zwillingsebene (111) am rechten Ende des Einkristalls vorgenommen. Zwischen Stabachse und [111]-Richtung findet man eine Winkelabweichung von ca. 13°; auch der Stabquerschnitt weicht dementsprechend von einem regelmäßigen Sechseck ab. Nur zwei der sechs Makroflächen, und zwar die beiden ausgeprägtesten, liegen in der (110)-Ebene².

Kleinknecht³ hat über das Ziehen von Silicium-Einkristallen aus der Schmelze mit vorgegebenem polykristallinen Impfling berichtet und die [110]-Richtung als wachstumsbevorzugt und die [111]-Richtung als wachstumsgehemmt gefunden. Die hier angewandte Methode ohne Impfling stellt ein Auswahlverfahren für alle möglichen Kristallorientierungen dar, wobei sich die bevorzugte Wachstumsrichtung am ehesten durchsetzen sollte. Die Ergebnisse einiger Ziehversuche lassen bisher am häufigsten die [111]-Achse als bevorzugte Wachstumsrichtung, die [110]-Richtung hingegen als wachstumsgehemmt erkennen, da die (110)-Flächen bzw. deren Vicinalen als Begrenzung des Makrokristalls auftreten.

Die Versuche zur Herstellung der Silicium-Sinterstäbe hat Herr Günther Ziegler, Karlsruhe, durchgeführt; ihm habe ich vor allem für die bereitwillige Überlassung zahlreicher Sinterstäbe meinen besten Dank auszusprechen. Darüber hinaus möchte ich den Herren Karl Siebertz und Arnulf Hoffmann für anregende Diskussionen herzlich danken.

² Für die röntgenographische Kontrolle dieser Orientierung sei Herrn H. Pfister vom FL, SSW Erlangen, vielmals gedankt.

³ H. Kleinknecht, *Naturwiss.* **39**, 400 [1952].

