

CIE

中国电子学会论文集

# 第三屆

全国半导体  
集成电路  
硅材料 学术会议论文集

## 摘要

中国电子学会 半导体与集成技术专业学会编  
电子材料学



一九八三年十月

合肥

## 前　　言

由中国电子学会半导体与集成技术学会、中国电子学会电子材料学学会联合举办第三届全国集成电路和硅材料学术年会于一九八三年十月在安徽省合肥市召开。

年会筹备组邀请全国各有关研究所、高等院校、工厂共十三个单位十八位同志组成论文评审小组，对本届年会所征集的论文进行了评审。本论文集共收入论文报告256篇，其中特邀报告6篇，硅材料及其性质研究63篇，理化分析38篇，MOS集成电路研究46篇，双极型集成电路研究25篇，集成电路工艺研究78篇。这些论文、报告基本上反映了我国近两年来集成电路和硅材料在科学的研究及工业生产中扩大应用所取得的新进展，新成果。从收入的论文来看，与前两届学术年会相比，不论从研究内容的广度、深度及学术水平均有一定的提高，而且在应用方面也有了更多的突破。

本论文集在编辑小组努力工作和北京市东城区印刷厂的大力协助下，使得能在较短时间内成册出版，但由于经验不足，可能会有错漏，望不吝指正。

# 目 录

## 特 邀 报 告

|                        |                 |       |
|------------------------|-----------------|-------|
| 超大规模集成电路的发展            | 王守武             | ( 1 ) |
| 原生微缺陷的热处理行为及其对碰中氢沉淀的影响 | 林兰英             | ( 2 ) |
| 超大规模及超高速集成电路           | 黄 敝             | ( 2 ) |
| 用于制备LSI及VSLI的单晶硅材料问题   | 宋秉治 孙膺九         | ( 3 ) |
| VLSI极限和器件图形微细化         | 李志坚             | ( 5 ) |
| 硅单晶中碳化硅微夹杂的来源的研究       | 万 群 李玉珍 秦 福 罗守礼 | ( 7 ) |

## 第一部分 半导体材料硅

### 一、硅材料制备及性质

|                                      |                      |        |
|--------------------------------------|----------------------|--------|
| 低温法制备高纯SiHCl <sub>3</sub> 的理论探讨      |                      |        |
| .....王锦生 宋秉治 何祖云 于蕴庭 赵光朴 董增文 刘淑敏 赵永发 | ( 1 )                |        |
| 钛冷凝器在三氯氢硅精馏中的应用                      | 峨眉半导体材料研究所材质试验组      | ( 2 )  |
| 大直径硅单晶制备中氩气的单级提纯及净化                  | 张忆延                  | ( 6 )  |
| 高纯四氯化硅的制备                            | 傅雄强 张蓬英 宁培琪          | ( 8 )  |
| 关于硅晶体中体层错的研究                         | 肖治纲 吴杏芳 宋志毅 陈 希      | ( 10 ) |
| 硅单晶片的表面热诱导微缺陷的主要起源及其消除方法             |                      |        |
| .....张一心 程美乔 刘淑琴                     | ( 11 )               |        |
| 硅中磷沉淀引起的一种位错环列                       | 谢茂浓 张景韶 潘文元          | ( 12 ) |
| 改善硅单晶轴向氧分布的工艺试验                      | 黄有志                  | ( 14 ) |
| 生长条件与漩涡缺陷形成关系的探讨                     | 林汝淦 张金福              | ( 15 ) |
| 直拉硅片中热生微缺陷的形成与行为                     | 郎益谦                  | ( 16 ) |
| 原生无位错直拉硅单晶中与氧有关漩涡缺陷的电镜观察             |                      |        |
| .....钱家骏 褚一鸣 林兰英                     | ( 18 )               |        |
| 掺硼直拉硅单晶中杂质条纹及漩涡缺陷分布                  |                      |        |
| .....黄大定 赵力群 汪光川 梁骏吾                 | ( 19 )               |        |
| 弯月面对直拉硅单晶杂质分布的影响                     | 梁骏吾 Torbjorn Calberg | ( 20 ) |
| 生长条件对直拉硅单晶微缺陷形成的初步探讨                 |                      |        |
| .....麦振洪 崔树范 傅全贵 周康权 李积和             | ( 21 )               |        |

|  |                     |            |
|--|---------------------|------------|
| 大直径直拉硅单晶内在质量的控制.....                     | 朱黎辉 石观雨             | ( 22 )     |
| 热处理与少子寿命关系.....                          | 倪 政                 | ( 23 )     |
| 直拉硅单晶的热处理.....                           | 杨洪林                 | ( 26 )     |
| 硅片表面的线状杂质团.....                          | 刘芝连 吕山君 常冬青         | ( 28 )     |
| 硅单晶中的硅氢键和氢致缺陷.....                       | 麦振洪 崔树范             | ( 29 )     |
| 掺氮区熔硅单晶的研究.....                          | 梁骏吾 邓礼生 范缇文 郑红军 刘凤祥 | ( 30 )     |
| 含氮区熔硅单晶.....                             | 杨昌儒                 | ( 30 )     |
| 溅射a-Si:H质量与溅射时衬底温度 的 关系.....             | 罗晋生 戎霭伦             | ( 32 )     |
| 氦和氢气体对 GD a-Si:H性质的影响.....               | 马洪磊 曹宝成 李淑英 陆大荣     | ( 34 )     |
| SiCl <sub>4</sub> 外延乙硼烷掺杂的热力 学分析.....    | 安 策                 | ( 36 )     |
| 矩形反应器的速度分布和质量输运.....                     | 金希卓 刘明登             | 耿焕珍 ( 38 ) |
| 低压溴气相抛光技术的研究.....                        | 李艳荣                 | 刘倩如 ( 41 ) |
| 三溴化硼掺杂源浓度稳定性与掺杂源初始浓度的关系.....             | 罗振英                 | 孙以材 ( 43 ) |
| 用部分离化束的方法实现Si在Si上的外延.....                | 秦复光 王向明             | 杨光荣 ( 45 ) |
| P/P <sup>+</sup> 硅外延掺杂技术的研究.....         | 刘倩如                 | 李艳荣 ( 48 ) |
| P/P <sup>+</sup> 型外延层电阻率均匀性、一致性控制.....   | 罗振英                 | 孙以材 ( 50 ) |
| 硅外延气相掺杂法.....                            | 吴凤朝 耿焕珍             | 刘恩沛 ( 52 ) |
| 推荐一种外延硅源.....                            | 朱忠伶                 | 崔 岚 ( 54 ) |
| 硅外延层杂质分布的均匀性、一致性与自掺杂效应.....              | 孙以材                 | 罗振英 ( 56 ) |
| 硅外延层厚度一致性的实验研究.....                      | 刘玉岑 申 勇             | 韩 义 ( 58 ) |
| 高阻P型硅外延片的研制 .....                        |                     |            |
| .....王锦生 宋秉治 何祖云 于蕴廷 赵光朴 董增文 刘淑敏 赵永发     | ( 59 )              |            |
| 外延片滑移线的分析与实验.....                        | 王鸣启                 | ( 61 )     |
| VMOS器件N/N <sup>+</sup> (100) 硅外延工艺.....  | 张永达                 | 李继光 ( 62 ) |
| N/P硅外延的自掺杂控制.....                        | 刘倩如                 | 李艳荣 ( 63 ) |
| 衬底对硅烷外延生长速率的影响.....                      | 章熙康                 | 顾隆道 ( 65 ) |
| 低压外延生长的动力学分析.....                        | 刘倩如                 | ( 67 )     |
| N型<100>硅外延片的试 制.....                     | 张佩显 宫瑞敏             | 纪金堂 ( 69 ) |
| SiCl <sub>4</sub> 外延生长硅晶体中碳沾污的热力学研究..... | 徐宝琨                 | 赵慕愚 ( 71 ) |
| 硅单晶中氧碳杂质在热处理时的行为.....                    | 梁骏吾 邓礼生 郑红军         | 刘凤祥 ( 73 ) |
| 硅中碳的行为与影响.....                           | 孙膺九                 | ( 74 )     |
| 多晶硅中碳化物的实验与理论研究.....                     | 万 群 李玉珍 徐宝琨 赵慕愚     | ( 76 )     |
| 多晶硅中碳的来源及其去除方法的探讨.....                   | 晋华正                 | ( 78 )     |
| SiCl <sub>4</sub> 氢还原低压硅外延生长碳沾污的研究.....  |                     |            |
| .....杨树人 刘明登 许新民 傅则忠 李玉珍                 | ( 79 )              |            |
| 硅衬底上多晶硅薄膜的固相外延.....                      |                     |            |
| .....张利春 倪学文 高玉芝 阎桂珍 沈悌明                 | ( 81 )              |            |
| 低压化学汽相淀积无定形硅 的 固 相外延.....                | 王阳元 C·Jou等          | ( 81 )     |

|  |  |
|--|--|
| 硅片的“雾缺陷”及其本征吸除效果.....                                |  |
| .....杨梦燕 耿锡锟 毛幼馨 赖群 章明智 宋润城 杨庆芳 刘卫国 (82)             |  |
| 双吸除技术对提高LSI所用硅单晶性能的作用.....                           |  |
| .....周士仁 叶以正 陈德源 王志加 邵全法 杨家德 胡世忠 (84)                |  |
| 本征吸除工艺研究.....王贵华 王东红 (85)                            |  |
| CZ硅的内吸除及其在MOS LSI中的应用.....郑鸿宸 执笔 (87)                |  |
| 内吸除热处理的几个问题.....徐岳生 张维连 林秀俊 任丙彦 陈国鹰 (89)             |  |
| 金属杂质沾污与雾缺陷.....                                      |  |
| .....徐冬良 郭如芳 聂秀琼 李吉海 余斌 谭玉华 燕朝林 (91)                 |  |
| 关于本征吸除的几个问题讨论.....张一心 程美乔 张泽华 刘淑琴 (92)               |  |
| 氧本征吸收在MOS器件工艺中的应用.....                               |  |
| .....许康 王为林 罗桂昌 史遵兰 邵海文 季美华 翁建华 (93)                 |  |
| 本征吸除在LSI生产中的试用实验结果.....                              |  |
| .....马浩然 曹介福 杨模诗 张一心 程美乔 张泽华 刘淑琴 (96)                |  |
| 本征吸除技术在三吋硅片上的应用.....                                 |  |
| .....王东红 陈德源 叶以正 王贵华 邵全法 李银波 许平 (98)                 |  |
| NTD CZ Si的退火行为研究.....孟祥提 张秉忠 (100)                   |  |
| NTD硅轴向杂质均匀性的研究.....徐文耀 (102)                         |  |
| NTD在半导体器件中的应用.....伍烈城 (103)                          |  |
| NTD硅CO <sub>2</sub> 激光退火研究.....潘家齐 丁乐礼 傅汝廉 开桂云 (105) |  |

## 二、理化分析、方法与测试

|  |  |
|--|--|
| 利用MOS恒定电荷法测定半导体少子的体产生寿命.....                     |  |
| .....谭长华 许铭真 李树栋 陈文茹 (106)                       |  |
| 宝石激光器辐照下的硅表面氧化问题.....                            |  |
| .....王忠烈 汉·惠斯登杜布 弗·萨里斯 许振嘉 陈维德 (107)             |  |
| Pt/Si和Pd/Si肖特基接触的XPS研究.....戴道宣 鲍敏杭 田曾举 姜国宝 (109) |  |
| 洁净硅片表面的低损耗SIMS分析.....杨存安 王化文 (111)               |  |
| 掺氧多晶硅薄膜的组分分析.....王云珍 陈心和 李月珍 (113)               |  |
| 金在硅-氮化硅界面的电学效应.....李思渊 李寿嵩 王毓珍 张同军 (115)         |  |
| 掺镧(La) Si/SiO <sub>2</sub> 界面电学性能的研究.....        |  |
| .....李思渊 李寿嵩 张同军 王毓珍 (118)                       |  |
| 洁净硅片表面质量的AES分析.....                              |  |
| .....王乃铸 王志 张永康 王化文 王彦才 谭立雅 (120)                |  |
| Al/Pt Si/Si肖特基接触的AES研究.....                      |  |
| .....戴道宣 鲍敏杭 田曾举 姜国宝 许俊 邹惠良 (122)                |  |
| 硅晶体中氢缺陷红外光谱的理论分析.....高国荣 辛耀权 (124)               |  |
| 结深、表面杂质浓度和结电容、表面肖特基势垒电容关系的理论计算.....              |  |
| .....王万录 廖克俊 (126)                               |  |

|  |                 |       |
|--|-----------------|-------|
| 在范德堡测试结构中对平面非平行圆片样品电阻率公式的推证.....                         | 陈威 孙毅之 徐维明 张又立  | (130) |
| 半导体材料硅、砷化镓的光学常数和相移的数值计算.....                             | 李光平 何秀坤         | (130) |
| 微分剥层中硅阳极氧化的研究.....                                       |                 |       |
| .....陈蒲生 黄友三 刘承辉 姜晓燕 梁海生 陈静娟                             | (132)           |       |
| 硅在氧等离子体中的阳极氧化.....                                       | 刘春荣 汪光纯         | (135) |
| 超薄氧化膜在 n/n <sup>+</sup> 硅外延测试中的应用 .....                  |                 |       |
| .....张镜容 卢伟泉 张凤兰 李汝强                                     | (137)           |       |
| 微处理机在C-V测试中的应用.....                                      | 周小茵 金才政         | (140) |
| 一种提高硅单晶光学定向精度的新技术.....                                   | 侯承贵 宋登元 郭宝增     | (143) |
| 扫描电子束退火硅片的电学性质.....                                      | 郑丽荣 陈进          | (145) |
| 硅(100)面漩涡缺陷不同腐蚀液显示的微观形貌.....                             | 张家坚 李国江         | (148) |
| 硅中微区氧的测量方法.....  | 雷沛云 郑怀德 孙伯康 张泽华 | (150) |
| 一种能测定高掺杂浓度的新方法.....                                      | 杨耀鑫             | (152) |
| 对硅单晶中的杂质检测.....  | 吕淑求 陈国鹰         | (154) |
| 脉冲MOS C-V法检测n沟区离子注入杂质浓度分布.....                           | 何德湛             | (156) |
| 自Si衬底向SiO <sub>2</sub> 的热电子发射的实验测量.....                  | 陈永珍             | (159) |
| 气相反应——气相色谱法对SiHCl <sub>3</sub> 中有机物总碳的检测.....            | 叶与录             | (162) |
| 氢气中痕量 CO、CH <sub>4</sub> 、CO <sub>2</sub> 的气相色谱法测定 ..... |                 |       |
| .....叶与录 李泉 于进才 陈惠聪 李兰枝                                  | (163)           |       |
| 硅片上磷硅玻璃薄膜及多晶硅层中磷浓度的比色测定.....                             | 陈惠英             | (164) |
| 改进的高频法电阻率测量.....   | 张洪川 陈永同 谭松青     | (167) |
| 自动扩展电阻探针仪.....   | 张敬海 包宗明 林绍基 汤亚如 | (168) |
| 半导体深能级的二种新的DLTS测量方法.....                                 | 孙勤生             | (169) |
| 半无穷大样品中非均匀光注入条件下寿命测量的研究.....                             | 陈修治             | (171) |
| 1.085微米红外光源硅单晶寿命仪.....                                   | 阙端麟 赵榕椿 姚野      | (172) |
| (100) 硅单晶定向光斑对应晶面的研究.....                                | 侯承贵 宋登元 郭宝增     | (172) |
| 用激光反射法测量硅-介质膜的界面应力.....                                  | 孙沕 王一谦 陆美蓉      | (174) |
| P-N结横向扩散宽度测量方法的探讨.....                                   | 陈蒲生 梁海生 刘承辉 黄友三 | (175) |
| 硅圆片平整度及其测试.....  | 张志刚             | (177) |
| 对集成电路工艺检测用钨探针的若干改进.....                                  | 傅定侯             | (180) |

## 第二部分 集成电路

### 一、双极集成电路

|                             |             |         |       |
|-----------------------------|-------------|---------|-------|
| 氧化物隔离ECL100K电路              | 刘英清         | 肖钊谦     | (181) |
| 门延迟5.5ns的高可靠LSTTL系列电路       | 牛庆昌         | 刘自成     | (183) |
| 彩色电视机色通道电路的研制               | 白元根 曹建安 葛垂安 | 骆季奎     | (185) |
| 集成模拟乘法器单端输出电路分析             |             | 鲍天保     | (186) |
| 一种低压微功耗运放电路                 | 戴玉明 徐素坤     | 王立      | (190) |
| S与LS系列TTL集成电路中的肖特基器件        |             | 沈文正     | (192) |
| 四值电压型转换逻辑集成电路               | 郑学仁 黄兆俊     | 陈斗南 贝承训 | (195) |
| 三值TTL与非门研究                  | 宋兆元 张廷庆     | 刘家璐 李良能 | (196) |
| I <sup>2</sup> L多值逻辑电路的研究   | 张廷庆 宋兆元     | 刘家璐     | (198) |
| 非门极少的逻辑综合——DYL电路逻辑设计讨论      |             | 刘汉龙     | (200) |
| 双层双极集成电路的研制                 |             | 白玉鑫 税有先 | (202) |
| 双门限电压比较器工作原理与测试分析           |             | 李嗣德     | (204) |
| ECL100K电路的温度补偿和电压补偿         | 冯庆瑞         | 张振华     | (207) |
| W7800系列集成稳压源的设计特点           |             | 郦扬成     | (210) |
| 集成电路与晶体管稳压电源的计算机辅助分析        |             | 范贻明     | (213) |
| 一个新的优化算法及其在电路机辅设计中的应用       | 谈根林 吕炳仁     |         | (215) |
| “BL”相机专用集成电路试制              |             | 郑玉琦     | (218) |
| 一种电子相机专用集成电路的设计             |             | 刘晓淮     | (221) |
| 超导触发器                       | 张礼德 戴远东     | 高亦涵     | (223) |
| 集成模拟乘法器误差的快速检测              |             | 鲍天保 徐淮琪 | (228) |
| 硅pin二极管在大的电注入情况下的红外发光特性     |             | 谢孟贤     | (230) |
| 监控低功耗肖特基TTL集成电路系列研制的微电子测试图形 |             |         |       |
|                             | 黄敞 沈文正 边江   |         | (231) |
| 单片集成高压显示电路的研制               | 张煌志 宋长江     | 王永义     | (232) |
| 一种适用于高温工作的新型晶体管             | 仲玉林 丛众      | 刘秉政     | (233) |
| STTL中SBD面积设计分析模型和SBD欧姆接触特性  |             | 林雁      | (234) |

### 二、MOS集成电路

|                   |                 |       |
|-------------------|-----------------|-------|
| 高速4K×1位静态MOS RAM  | 李肇玲             | (236) |
| CM2114 4K静态RAM的设计 | 祝忠德 陈贤 宁宝俊 盛世敏  | (238) |
| 16K位可改编程只读存储器的研制  | 上海冶金研究所EPROM研制组 | (240) |

|  |                     |       |
|--|---------------------|-------|
| 硅栅CMOS1024位随机存储器                       | 上海冶金研究所一室CMOS组      | (241) |
| EEPROM存储单元特性研究                         | 勤东明 朱 钧 熊大菁 李志坚     | (242) |
| 短沟道MOSFET的实验研究                         | 滕学公 仇玉林 侯秀芝 陈潮枢     | (245) |
| 全离子注入CMOS电路中N阱的设计                      | 童勤义 唐国洪 陈德英 庄庆德     | (246) |
| CMOS电路最经济结构的设计方法                       | 谢世健 赵文霞 蔡世俊         | (249) |
| 硅衬底厚度和背接触势垒高度对MOS电容器性能的影响              | 夏永伟 孔令坤 张冬萱         | (252) |
| DG0040的设计与工艺                           | 仲进才                 | (252) |
| BAD-32抽头模拟延迟线                          | 朱以南 李为翰 舒辉然         | (255) |
| 一种集成开关电容滤波器                            | 陈志良 南德恒 石秉学         | (257) |
| E/DMOS电压基准                             | 汤庭鳌 郑增钰 程君侠         | (259) |
| CM2114 1 K × 4 NMOS SRAM的CAD模拟计算和CAT测试 | 徐葭生 杨肇敏 张明宝 朱麟祥     | (262) |
| 抗锁工艺及其数据分析                             | 赵春城 魏占发             | (263) |
| Cμ8085A的逻辑、电路及版图设计特点——Cμ8085A研究报告之一    | 岳震伍 羊性滋 王嵩梅 齐家月     | (266) |
| Cμ8085A工艺参数的确定——Cμ8085A研究报告之二          | 李林法 张建人 蒋 志 吴正立     | (268) |
| Cμ8085A中MOSFET阈电压的控制——Cμ8085A研究报告之三    | 吴正立 张建人 蒋 志 李林法     | (272) |
| Cμ8085A的芯片测试分析——Cμ8085A研究报告之四          | 郭尚才                 | (275) |
| Cμ8085A微处理器实时功能比较测试——Cμ8085A研究报告之五     | 孙义和 陈兆龙             | (277) |
| 自举漏举它举电路中自举电容的选取                       | 金功九 孙国樑             | (279) |
| 金属/a-Si:HC/a-Si:H/C-P+Si结构存储单元的实验研究    | 王万录                 | (281) |
| N阱全离子注入硅栅CMOS工艺中短沟和窄沟MOS晶体管的某些实验特性     | 刘忠立                 | (282) |
| 用MOS工艺研制低速调制解调器的几个关键问题                 | 张正刚                 | (284) |
| 磷扩散短沟道MOS管的剖面结构                        | 汪仁里 杨立锦             | (286) |
| 高速铝栅CMOS计数器的设计                         | 谢世健 赵文霞             | (287) |
| MNOS存储管版图结构设计                          | 张尔保 姜洪福             | (290) |
| 封闭硅栅CMOS电路的最佳设计                        | 谢世健 丁璇英 赵文霞 朱静远 张成锦 | (292) |
| Bi-CMOS运算放大器                           | 李道隆 冯国彦 蒋健飞         | (295) |
| CMOS运放和比较器设计分析                         | 赖宗声 蒋健飞 瞿玉宝 岑乐鼎     | (298) |
| VVMOS场效应晶体管高表面场特性分析                    | 刘可辛 付 预 李 宏         | (300) |
| 双极-MOS相容型四路模拟开关电路的研制                   | 张煌志 魏凤鈞 白元根         | (303) |
| MOS结构的热电子效应                            | 吴凤美 郑有料             | (304) |
| 心脏起搏器电路单片集成的相容性问题                      | 茅有福 徐慰君             | (306) |

|                                    |                     |           |
|------------------------------------|---------------------|-----------|
| 2 <sup>n</sup> R扩散电阻链DAC的失配分析及改进方案 | 金功九                 | (308)     |
| 一种典型双积分A/D转换器的电路分析                 | 盛世敏                 | 莫邦熳 (310) |
| 一种单片MOS八位A/D转换器                    | 金功九                 | 李瑞伟 (312) |
| 一种新型的数模转换取样电路及比较器                  | 岑乐鼎                 | 潘尧令 (313) |
| 集成电路芯片显微照相的新技术                     | 石仲斌                 | 洪克文 (316) |
| 关于8085A版图设计的某些讨论                   | 李华                  | (319)     |
| 自举电路的简捷设计                          | 卢林                  | (319)     |
| E/D驱动电路的最佳设计                       | 卢林                  | (322)     |
| CMOS音乐集成电路的初步研究                    | 沈悌明 张利春 倪学文 阎桂珍     | (324)     |
| 十位模数转换(A/D)器逻辑控制部分集成电路4E702        | 郑增钰 程君侠 鲍慧君 张国权 孙林根 | (326)     |
| 一种新型CMOS单片8位A/D转换器—ADC0801解剖分析     | 岑乐鼎 潘尧令 肖伟根         | (327)     |
| 介绍一种带自动恢复电路的单电源16k DRAM的设计         | 陈贤 宁宝俊              | (329)     |

### 三、集成电路工艺

|  |                        |       |
|--|------------------------|-------|
| 聚酰亚胺膜的制备及其刻蚀工艺的研究                                | 廖萃荃                    | (331) |
| Ø75mm硅片等离子体刻蚀系统                                  | 杜元成 王国兴                | (333) |
| 无显影光刻机理的探讨                                       | 刘济民 郭增权 李大虹            | (335) |
| 反应离子刻铝   | 张崇玖                    | (337) |
| 用SF <sub>6</sub> 反应溅射腐蚀多晶硅的工艺研究                  | 李秉臣 李泰敏 陈志才            | (338) |
| LPCVD法制备多晶硅膜的工艺研究                                | 曹寿武                    | (340) |
| LPCVD重掺磷多晶硅薄膜淀积工艺                                | 何运恒 孙德明 李舒明 蒋翔六        | (343) |
| 低压化学汽相淀积半绝缘多晶硅的性质研究                              | 瞿冬青 李洪鑫 李彦波            | (345) |
| 激光增强低压化学汽相淀积多晶硅膜                                 | 王英民 李星文                | (347) |
| 多晶硅生长中气压的影响                                      | 李星文 王英民                | (348) |
| 离子注入多晶硅的电子束退火                                    | 张国炳 王继红 卢殿通 陶敦仁        | (351) |
| 多晶硅膜的热氧化   | 王阳元 张爱珍                | (353) |
| 重掺杂多晶硅氧化后的形貌                                     | 张爱珍 王阳元                | (354) |
| 有侧向籽晶的激光再结晶硅膜MOSFET                              | 马腾阁 林惠旺 钱佩信 李志坚        | (355) |
| 常压氢氧合成氧化工艺及其在集成电路生产中的应用                          | 赵小林 朱美华                | (357) |
| 氢氧燃烧的水汽氧化系统中氢氧反应条件的研究                            | 徐元华                    | (359) |
| 硅的常压氢氧合成水蒸汽氧化                                    | 和致济 傅志煌 梁桂荣            | (361) |
| MOS LSI用优质薄栅SiO <sub>2</sub> 介质的制备               | 许康 史遵兰 罗桂昌 王为林 邵海文 季美华 | (363) |
| 非常薄的SiO <sub>2</sub> 膜的生长和特性                     | 熊大菁 朱钧 于诗南 侯东彦         | (366) |
| 动态16KRAM中的氧化工艺研究                                 | 刘显明 李锦织 敖玉贵            | (368) |
| 等离子增强化学气相淀积氮化硅                                   | 汪师俊 夏酉庭 马林宝            | (369) |
| 扩散型等离子CVD-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 膜的制备与性能 | 曹友琦                    | (371) |

|   |     |     |     |          |       |
|---|-----|-----|-----|----------|-------|
| 用新的LPCVD型PCVD技术淀积钝化薄膜   | 王季陶 | 王焕杰 | 连美华 | (376)    |       |
| LPCVD-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 的工艺研究                      | 张佐斌 | 严伟  | 郑志磊 | (378)    |       |
| 低温等离子体淀积氢化氮化硅薄膜   | 樊国华 | 肖仲杨 | 汪树成 | (380)    |       |
| SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> -NH <sub>3</sub> 体系低压化学气相淀积氮化硅 | 叶惠珍 | 马林宝 | 汪师俊 | (381)    |       |
| LPCVD三维模拟的探讨  | 张世理 | 王季陶 |     | (383)    |       |
| LPCVD膜层均匀性机理  | 李祥轩 | 撒应虎 |     | (385)    |       |
| HCl的清洁作用和Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 钝化性能的联合应用               | 陆德仁 | 叶树萍 | 顾为芳 | (387)    |       |
| 反应离子刻氮化硅和多晶硅  |     |     | 张崇玖 | (389)    |       |
| 氢化非晶硅钝化膜在MOS器件上的应用  |     |     |     |          |       |
| 何宇亮 杜家方 叶峰 熊承堃 张荣欣 沈泳兴 薛自                                       |     |     |     | (391)    |       |
| 氮化硅薄膜对集成晶体管特性的影响  | 吴宪平 | 晋琦  | 杨恒青 | 沈兆友      | (392) |
| 氮化硅-二氧化硅结构作为栅介质在HMOS大规模集成电路中的应用                                 |     |     |     |          |       |
| 蹇哲人 蘭景书   |     |     |     | (394)    |       |
| 10兆赫高性能大规模集成电路测试图案发生器的研究  | 林雨  | 林梅梅 |     | (396)    |       |
| 脉冲激光退火集成电路掩蔽工艺研究  |     |     |     |          |       |
| 石万全 柳雪君 刘世祥 商作起 虞嘉峰 李大虹   |     |     |     | (397)    |       |
| 降低器件噪声的亚表面埋层工艺  |     |     | 丁成玉 | (399)    |       |
| 用As乳胶源扩散工艺制作微米沟道硅栅NMOS器件  |     |     | 宋良元 | (400)    |       |
| As离子注入多晶硅制备高浓度浅结的研究   |     |     |     |          |       |
| 来永春 张通和 罗晏 沈京华  |     |     |     | (402)    |       |
| As离子通过薄SiO <sub>2</sub> 层注入单晶Si制备高浓度浅结的研究                       |     |     |     |          |       |
| 罗晏 来永春 张通和 沈京华  |     |     |     | (404)    |       |
| Ne <sup>+</sup> 、Ar <sup>+</sup> 、Kr <sup>+</sup> 注入Ge的损伤模型     |     | 云镇  | 赵鸿麟 | (406)    |       |
| LSTTL电路的金属系统  |     | 史佩枋 | 李林  | (408)    |       |
| 微电子测试图形对CMOS工艺的监控效益   |     |     |     |          |       |
| 朱华昌 薛自 李广根 高达源 傅定候 赵向娅  |     |     |     | (410)    |       |
| TTL生产工艺及其计算机模拟  |     |     | 叶治平 | (412)    |       |
| 用于MOS功率集成电路的VVMOS与NMOS相容技术研究                                    | 张蓓榕 | 徐静芳 |     | (416)    |       |
| CMOS/SOS集成技术研究  | 罗夷伦 | 杨建鲁 | 刘俊哲 | (418)    |       |
| 便携式LSI通用测试仪   |     |     | 徐中佑 | (420)    |       |
| 掩膜套准测试结构的应用   | 桂力敏 | 贺德洪 | 瞿斌  | 陈平(422)  |       |
| LSI工艺中材质对高纯水的污染及选择  |     |     | 闻端梅 | 陶缔先(423) |       |
| 高纯水中钠的监控及其对电路成品率的影响   |     |     | 张连贵 | 王铁坤(425) |       |
| 钼-硅欧姆接触研究   |     | 武蕴忠 | 孙承龙 | 徐梅芳(427) |       |
| 光学反射法在线监控的应用  |     |     |     |          |       |
| 严金龙 沈国雄 蔡根 陆民山 杜冰莹 陈宣兆  |     |     |     | (429)    |       |
| 磷硅玻璃薄膜在大规模集成电路中的应用  |     |     |     |          |       |
| 曾天亮 江志庚 乐金媛 徐桂英   |     |     |     | (431)    |       |
| 迴流技术在LSI中的应用  |     |     | 胡志明 | (432)    |       |

|                                      |                     |       |
|--------------------------------------|---------------------|-------|
| 常压液态源淀积磷硅玻璃及迴流工艺                     | 庄庆德                 | (434) |
| 硅单晶片的 SiO <sub>2</sub> 抛光机理探讨        | 施为德 陈宝印 刘秀英         | (436) |
| 对Speed FAM型抛光机用的抛光液探讨                | 朱家科 李桂森             | (438) |
| SiO <sub>2</sub> 抛光技术与抛光机理探讨         | 刘凤伟 赵国安             | (440) |
| 用金属杂质和缺陷的自吸除工艺消除硅器件的二次缺陷和制备低噪声超增益晶体管 | 林 军                 | (441) |
| 等离子射频退火的实验研究                         | 李克宽 赖家培             | (443) |
| 关于双极型集成电路埋层图形的变形                     | 卢文豪 宋毓培 严福宁         | (444) |
| 单层胶的铝剥离工艺                            | 张礼德 张百虎 秦建颖 陈 勇     | (446) |
| 镍质微孔膜小型高效过滤器的滤尘性能及其在氧化工艺中的应用         | 和致经 傅志煌             | (447) |
| 电火花修正技术                              | 杜支华 王德厚             | (448) |
| P/P <sup>+</sup> 硅外延中废片的回收利用         | 杨瑶林 顾燮煜 关春堂         | (451) |
| 掺砷乳胶源在IC埋层扩散工艺中的应用                   | 廖太仪                 | (453) |
| 用冠醚除去硅表面的碱金属杂质                       | 胡绪洲                 | (456) |
| 等离子腐蚀多晶硅条件的选取                        | 吴政长 邓志刚             | (459) |
| 硅中硼磷扩散的二维分布及其差异                      | 邓长吉 曾庆诚             | (459) |
| 在双极电路中硼离子注入条件的选择                     | 李国辉 阎凤章 吕贤淑 苏绍义 白兴元 | (461) |
| 介绍一种简易的平板型刻蚀装置                       | 张崇玖                 | (463) |
| 改造风雷化学抛光机用 SiO <sub>2</sub> 抛光       | 刘广礼 赵淑琴             | (464) |
| 氧化物隔离工艺的发展                           | 刘英清                 | (466) |
| HCl在MOSFET中的应用                       | 陆德仁 顾为芳 叶树萍         | (469) |
| V MOS表面平整度及对电性相关影响机理                 | 张建成 方龙森             | (469) |
| 适合微细加工用的高亮度点离子源和亚微米离子束               | 耿 漫 段 玉             | (469) |
| 硅集成电路制备中隔离扩散工艺条件的选择                  | 刘玉岭 保爱林 李智明         | (469) |
| MNOS非易失性存储器薄氧化层热生长的研究                | 王爵树 程同广 刘德忠         | (469) |
| 关于812洗涤剂在结型场效应管生产线上清洗机理的研究和实际应用      | 祁金亮                 | (469) |

# 低温法制备高纯SiHCl<sub>3</sub>的理论探讨

王锦生 宋秉治 何祖云 于蕴庭  
赵光樸 董增文 刘淑敏 赵永发

(一四四六研究所)

本文主要依据物质的蒸汽压与温度的关系，探讨了SiHCl<sub>3</sub>低温精制的有效性。在P<sup>-</sup>/P<sup>+</sup>高阻硅外延生长中，影响P<sup>-</sup>层杂质浓度及其分布的因素较多，硅源的纯度是最重要的因素之一。对此，西德瓦克公司有极严格的规定，要求用作硅源的SiHCl<sub>3</sub>在石英检验器中作沉积试验，其P型电阻率必须≥5000Ω·cm。目前国内所能得到的SiHCl<sub>3</sub>、SiCl<sub>4</sub>都是N型料，即施主杂质含量远高于受主杂质，其中最主要的施主杂质和受主杂质分别是PCl<sub>3</sub>与BCl<sub>3</sub>。

通过分析SiHCl<sub>3</sub>及其所含的一些杂质的蒸汽压随温度变化的规律(P-T曲线)，不难发现在较低的温度下有利于SiHCl<sub>3</sub>的进一步纯化。图中示出了SiHCl<sub>3</sub>和几种杂质的P-T曲线。物质的P-T关系一般可用下式表示：

$$\lg P = \frac{A}{T} + B \quad (1)$$

式中A和B为因不同物质而异的两常数。根据拉乌尔定律和方程(1)，在M与N二组分理想溶液中，可以得到M对N的相对挥发度表达式：

$$\alpha \left( \frac{M}{N} \right) = \frac{X_M}{X_N} \cdot 10 \left( \frac{A_M - A_N}{T} + B_M - B_N \right) \quad (2)$$

式中X<sub>M</sub>和X<sub>N</sub>分别为M与N的克分子分数，A<sub>M</sub>、A<sub>N</sub>、B<sub>M</sub>、B<sub>N</sub>分别为对应于M与N的A、B常数。

结合精馏法纯制的SiHCl<sub>3</sub>的实际情况，可进而得到下列一组关系式：

$$\alpha \left( \frac{\text{PCl}_3}{\text{SiHCl}_3} \right) = X_{\text{PCl}_3} \cdot 10 \left( \frac{-286}{T} + 0.22 \right) \quad (3)$$

$$\alpha \left( \frac{\text{BCl}_3}{\text{SiHCl}_3} \right) = X_{\text{BCl}_3} \cdot 10 \left( \frac{54}{T} + 0.17 \right) \quad (4)$$

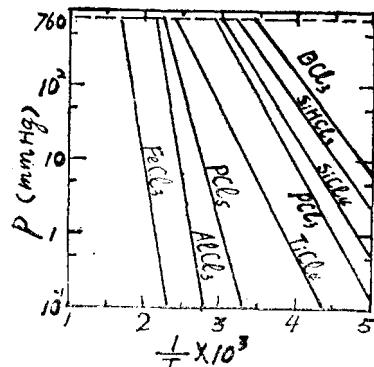
$$\alpha \left( \frac{\text{PCl}_3}{\text{BCl}_3} \right) = \frac{X_{\text{BCl}_3}}{X_{\text{PCl}_3}} \cdot 10 \left( 0.05 - \frac{340}{T} \right) \quad (5)$$

利用这组关系式，我们选择了典型意义的X<sub>PCl<sub>3</sub></sub>、X<sub>BCl<sub>3</sub></sub>和三种T值进行了计算，结果列于下表。由表中可以看出，可望PCl<sub>3</sub>与BCl<sub>3</sub>含量比为10:1的SiHCl<sub>3</sub>在200K下纯化为PCl<sub>3</sub>与BCl<sub>3</sub>含量比为0.225:1的高纯SiHCl<sub>3</sub>。而且只要SiHCl<sub>3</sub>中的PCl<sub>3</sub>含量不大于等于BCl<sub>3</sub>的40倍，经过200K下的低温纯化，便可得到P型SiHCl<sub>3</sub>。

| T<br>(K) | $X_{BCl_3}$<br>( $\times 10^{-9}$ ) | $X_{PCl_3}$<br>( $\times 10^{-9}$ ) | $\alpha \left( \frac{BCl_3}{SiHCl_3} \right)$<br>( $\times 10^{-9}$ ) | $\alpha \left( \frac{PCl_3}{SiHCl_3} \right)$<br>( $\times 10^{-9}$ ) | $\alpha \left( \frac{PCl_3}{BCl_3} \right)$ |
|----------|-------------------------------------|-------------------------------------|---|---|---|
| 200      | 1                                   | 10                                  | 3.01  | 0.616   | 0.225                                       |
|          | 1                                   | 40                                  | 3.01  | 3.01  | 1   |
| 273      | 1                                   | 10                                  | 2.33  | 1.48  | 0.638                                       |
|          | 1                                   | 15.7                                | 2.33  | 2.33  | 1   |
| 300      | 1                                   | 10                                  | 2.24*   | 1.86  | 0.832                                       |
|          | 1                                   | 12.5                                | 2.24*   | 2.24  | 1   |

\*  $BCl_3$  的沸点为 285K，此数据只供参考。

我们已经成功地使用低温法精制得的  $SiHCl_3$  进行了 P 型高阻硅外延的生长试验，稳定地生长出了电阻率 100—300 $\Omega\cdot cm$ ，厚度 8—50 $\mu m$  的外延层，少量样品达到 500—700 $\Omega\cdot cm$ 。这一试验结果从侧面显示了低温法纯制  $SiHCl_3$  的有效性，以及与理论分析的一致性。



几种氯化物的 P-T 曲线

## 钛冷凝器在三氯氢硅精馏中的应用

第五研究室材质试验小组

(峨眉半导体材料研究所)

随着大规模集成电路和核辐射探测器的迅速发展，对半导体硅单晶的纯度提出更高的要求。硅单晶的纯度很大程度上取决于多晶硅的纯度。近年来，人们为了生产高纯多晶硅，对生产多晶硅设备的材质十分关注。从硅的研究和生产历史看，制备多晶硅的设备使用过石

英、 $1Cr18Ni9Ti$ 不锈钢、超低碳不锈钢（如： $00Cr_{17}Ni_{14}Mo_2$ ， $00Cr_{20}Ni_{25}M_{05}$ ），聚四氟乙烯等材质。石英价格昂贵，易碎，静电击穿引起爆炸不安全，不适宜工业化；聚四氟乙烯不易焊接，制做设备麻烦，传热效率差，且在三氯氢硅中长期使用有溶涨，起泡，老化，静电击穿等现象，故应用此材质的设备要想长期稳定产品质量是难以做到的； $1Cr18Ni9Ti$ 不锈钢具有一定的耐蚀性，前些年国内大部份厂家采用这种牌号的不锈钢制作精馏塔、还原炉。但在三氯氢硅精馏中，介质三氯氢硅里含有一定量的HCl，因此， $1Cr18Ni9Ti$ 不锈钢制作的精馏还原设备，经过一段时间使用后，腐蚀严重，产品质量明显下降，所以 $1Cr18Ni9Ti$ 不宜用作多晶硅生产设备，这已逐步为从事半导体硅生产的工作者所认识；超低碳不锈钢比 $1Cr18Ni9Ti$ 的耐盐酸腐蚀性要好一些，对生产一般纯度半导体硅材料而言，基本能满足要求。但在工艺过程中仍可看到腐蚀现象。为寻求新的半导体硅工艺设备材质，我们于1973年与华县半导体材料厂合作，模拟多晶硅生产工艺条件，进行了钛、钛合金和 $1Cr18Ni9Ti$ 及其焊缝耐蚀性能的对比试验。试验结果表明：在低温（32℃以下），低盐酸（浓度<5%）和无氢条件下，钛比 $1Cr18Ni9Ti$ 耐蚀性能好。具体情况见下表。

表一 钛、钛合金与 $1Cr18Ni9Ti$ 耐蚀性能比较

| 腐蚀条件                                | 样品名称               | 腐蚀时间<br>(hr)   | 腐蚀温度<br>(℃) | 腐蚀率<br>(g/hr m <sup>2</sup> ) | 备注  |
|-------------------------------------|--------------------|----------------|-------------|-------------------------------|---|
| 还原炉内<br>悬挂样片                        | Ti                 | 74             | >300        | 42.42                         | Ti, TG <sub>3</sub> 样片当腐蚀到52小时，从支架落下，龟裂，脆。<br>本炉多晶硅内含有大量Ti。 |
|                                     | TG <sub>3</sub>    | 74             | >300        | 49.31                         |   |
|                                     | $1Cr18Ni9Ti$       | 74             | >300        | 0.492                         |   |
|                                     | $1Cr18Ni9Ti$<br>焊缝 | 74             | >300        | 0.433                         |   |
| 石英塔釜<br>内SiHCl <sub>3</sub><br>间歇精馏 | Ti                 | BT<br>305(119) | RT~32       | /                             | BT—沸腾温度<br>RT—室温<br>腐蚀率按119小时计算                             |
|                                     | TG <sub>3</sub>    | 305(119)       | RT~32       | /                             |   |
|                                     | $1Cr18Ni9Ti$       | 305(119)       | RT~32       | 0.0020                        |   |
|                                     | $1Cr18Ni9Ti$<br>焊缝 | 305(119)       | RT~32       | 0.0124                        |   |
| 精馏塔房间<br>悬挂样片                       | Ti                 | 865            | RT          | /                             | 0.026<br>0.011  |
|                                     | TG <sub>3</sub>    | 865            | RT          | /                             |   |
|                                     | $1Cr18Ni9Ti$       | 865            | RT          | 0.026                         |   |
|                                     | $1Cr18Ni9Ti$<br>焊缝 | 865            | RT          | 0.011                         |   |
| 5%HCl<br>浸泡样片                       | Ti                 | 865            | RT          | 0.001                         | 0.066   |
|                                     | TG <sub>3</sub>    | 865            | RT          | 0.066                         |   |

| 腐蚀条件          | 样品名称             | 腐蚀时间<br>(hr) | 腐蚀温度<br>(°C) | 腐蚀率<br>(g/hr m <sup>2</sup> ) | 备注 |
|---------------|------------------|--------------|--------------|-------------------------------|----|
| 5%HCl<br>浸泡样片 | 1Cr18Ni9Ti       | 865          | RT           | 3.027                         |    |
|               | 1Cr18Ni9Ti<br>焊缝 | 865          | RT           | 2.67                          |    |

根据挂片试验结果，金属钛和钛合金均不能在高温有氢气存在的条件下使用，因为在此条件下钛能吸收大量的氢，还可以形成钛氢化物，使钛的性质变脆。所以钛不能用来制造三氯氢硅氢还原炉设备。而钛在低温、低盐酸和无氢条件下使用比1Cr18Ni9Ti抗腐蚀。所以我们一九七五年开始自行设计，在宝鸡902厂协助下试制成功了两台列管式金属钛冷凝器，于一九七六年九月代替1Cr18Ni9Ti不锈钢列管冷凝器，应用于三氯钛硅精馏塔中，至今已使用六年之久，运行正常，而同种结构的1Cr18Ni9Ti材质的冷凝器大多使用不足一年就得拆下清洗补焊。在其他条件相同情况下，用钛冷凝器与原18-8不锈钢冷凝器精馏三氯氢硅产品的质量对比如表二：

从表二的分析数据可以看出，使用钛冷凝器后，杂质铁有明显下降，其他杂质基本上相近。

至于多晶硅质量情况，由于我们在一九七六年下半年在更换二台钛冷凝器的同时，还将18-8材质的还原炉更换成超低碳不锈钢还原炉，变化因素较多，不便对比，仅将一九七年上半年和下半年多晶硅物检的统计数据列入表三以相对比较。

表三 使用钛冷凝器及超低碳不锈钢设备与原18-8工艺设备的多晶纯度对比

| 工艺条件<br>多晶硅质量                        | 型 号 | 电 阻 率<br>(Ωcm) | 占百分数 | 检 验 炉 数 |
|--------------------------------------|-----|----------------|------|---------|
| 1976年上半年18-8材质设备                     | N   | ≥300           | 66%  | 9       |
|                                      | P   | ≥3000          | 100% | 4       |
| 1976年下半年(18-8塔柱)+(Ti冷凝器)+(超低碳不锈钢还原炉) | N   | ≥300           | 90%  | 11      |
|                                      | P   | >3000          | 100% | 2       |

使用钛冷凝器对三氯氢硅精馏产品的质量有所提高，设备使用寿命延长已见上述；为进一步阐明其使用价值，我们就其经济效果也进行了对比：钛的单价比1Cr18Ni9Ti高大约三倍，但钛的比重只有18-8的58%，由于钛的使用寿命较18-8长、维修费低，综合比较起来看，虽然使用钛材一次性投资大于18-8，但长期使用反比用18-8经济。表四列出了两种材质冷凝器费用比较。

综上所述，从钛冷凝器使用实践表明，金属钛用来制造生产多晶硅精馏设备优于1Cr18Ni9Ti材质。

表二 两种材质冷凝器使用过程中，三氯氢硅纯度对比（化学光谱法）

| $\text{SiHCl}_3$ 中杂质含量<br>工艺条件 | B (%)                 | P (%)                 | Fe (%)                | Mg (%)                | Cr (%)               | Sn (%)               | Al (%)                | Ca (%)                | Cu (%)                |
|--------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 三台 18-8<br>精馏塔                 | $<7.1 \times 10^{-8}$ | $<6.2 \times 10^{-7}$ | $>3.6 \times 10^{-7}$ | $<1.4 \times 10^{-6}$ | $3.6 \times 10^{-6}$ | $1.3 \times 10^{-5}$ | $1.4 \times 10^{-6}$  | $<7.5 \times 10^{-6}$ | $<1.8 \times 10^{-7}$ |
|                                | $<7.1 \times 10^{-8}$ | $<6.2 \times 10^{-7}$ | $1.6 \times 10^{-5}$  | $<1.1 \times 10^{-6}$ | /                    | $1.8 \times 10^{-5}$ | $<2.8 \times 10^{-6}$ | $<1.1 \times 10^{-6}$ | $<2.8 \times 10^{-7}$ |
|                                | $1.03 \times 10^{-7}$ | $<3.0 \times 10^{-7}$ | $>3.6 \times 10^{-5}$ | $<7 \times 10^{-7}$   | $4.3 \times 10^{-6}$ | $1 \times 10^{-5}$   | $<2 \times 10^{-6}$   | $<2.8 \times 10^{-6}$ | $<1.8 \times 10^{-7}$ |
| 三台 18-8<br>精馏塔<br>加上两台<br>钛冷凝器 | $<7 \times 10^{-8}$   | $<4 \times 10^{-7}$   | $8.6 \times 10^{-6}$  | $<1 \times 10^{-6}$   | $<7 \times 10^{-6}$  | $1 \times 10^{-5}$   | $1.8 \times 10^{-6}$  | $2 \times 10^{-5}$    | $2.5 \times 10^{-7}$  |
|                                | $<7 \times 10^{-8}$   | $<4 \times 10^{-7}$   | $4.7 \times 10^{-6}$  | $7 \times 10^{-7}$    | /                    | $4.7 \times 10^{-6}$ | $8.6 \times 10^{-7}$  | $6.1 \times 10^{-6}$  | $7 \times 10^{-8}$    |
|                                | $3.2 \times 10^{-7}$  | $1.6 \times 10^{-7}$  | $<1.1 \times 10^{-6}$ | $<7 \times 10^{-7}$   | $<7 \times 10^{-7}$  | $<7 \times 10^{-7}$  | $<1.6 \times 10^{-6}$ | $<4.7 \times 10^{-6}$ | $2.3 \times 10^{-6}$  |
|                                | $7.2 \times 10^{-8}$  | $<2 \times 10^{-7}$   | $7.2 \times 10^{-6}$  | $<1 \times 10^{-6}$   | /                    | $8.6 \times 10^{-6}$ | $<1.8 \times 10^{-6}$ | $3.6 \times 10^{-6}$  | $<7 \times 10^{-8}$   |

表四 钛冷凝器与18-8冷凝器费用比较

| 材质 \ 比较项目 | 一次材料费元/m <sup>2</sup> 冷凝器 | 加工费元/m <sup>2</sup> 冷凝 | 保温费元/m <sup>2</sup> | 使用寿命(年) | 维修费(六年) | 六年总费用元/m <sup>2</sup> |
|-----------|---------------------------|------------------------|---------------------|---------|---------|-----------------------|
| 金属Ti      | 2354                      | 470                    | 184                 | 6年以上    | 0       | 3008                  |
| 18-8不锈钢   | 1411                      | 282                    | 215                 | 2       | 大       | >5308                 |

## 大直径硅单晶制备中氩气的单级提纯及净化

张 忆 延

(电子部第46研究所)

本文介绍了在我所大直径直拉、区熔硅单晶制备中氩气的海绵钛单级提纯以及粉末冶金微孔过滤器二级净化工艺。该工艺流程简单，提纯净化效能高，稳定可靠，生产周期长，经济效益高。在750℃左右，压力0.8—1公斤/厘米<sup>2</sup>，每小时提纯原料工业氩(纯度99.99%)3m<sup>3</sup>时，纯化后氩中主要杂质气体氧、碳氢化物、二氧化碳、氮，可降至0.1—0.5ppm，水露点—73℃以下，每公斤海绵钛(价格25元/公斤)，可处理工业氩1000m<sup>3</sup>以上，降低氩气费用60%。采用二级金属粉末冶金微孔过滤器净化后，氩中0.3μ尘埃含量小于0.15个/升。从而保证了拉晶工艺保护气质量，为高质量硅单晶制备创造了条件。

### (一) 海绵钛提纯氩气的性能及工艺条件

#### 1. 性能

钛是一种十分活泼的金属，常温时就能与非惰性气体发生化学反应，但是由于钛表面膜(主要是TiO<sub>2</sub>)的保护，实际上反应极其缓慢。研究表明：随着温度的升高，保护膜结构发生变化而破裂，气体向钛内的扩散速度加剧，850℃以上反应速度逐渐垂直线规律。在压力，空速条件下，纯化后氩气纯度可以达到99.99999%。

海绵钛为多孔结构，相对的相界面很大，新相生成快，同时，由于巨大的表面积而产生极大的吸附能，由于结构多孔而松散，气流阻力小，炉料高径比大，可以适应较大范围的空速。

在大流量工业规模氩气提纯中，海绵钛较国内常用的锆铝16合金为优。在我们进行的小型实验中曾对海绵钛和锆铝合金进行过对比，在管径26mm，长700mm的高温炉管里，各装入50克和274克。对原料99.9%和99.99%的氩气以500—3000ml/分流量进行提纯，前者800℃，后者850℃激活后700℃温度下，提纯效果几乎相同。但是，在我所氩气提纯系统中同样装置的3号炉和4号炉中分别装入1.5公斤海绵钛和锆铝合金，前者高径比55，后者为1。原料气为工业氩。(含量3.5ppm，水4.5ppm)。以30升/分流量分别进入3、4号炉，前者700℃纯化后氩气含氧<0.1ppm，水小于1.5ppm，而后者850℃激活3小时后700℃纯