(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年11月1日(01.11.2018)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2018/198797 A1

(51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01)　*H01L 21/205* (2006.01)
H01L 21/20 (2006.01)　*H01L 21/324* (2006.01)

(21) 国際出願番号：　PCT/JP2018/015381

(22) 国際出願日：　2018年4月12日(12.04.2018)

(25) 国際出願の言語：　日本語

(26) 国際公開の言語：　日本語

(30) 優先権データ：
特願 2017-086529　2017年4月25日(25.04.2017)　JP

(71) 出願人: 株 式 会 社 Ｓ Ｕ Ｍ Ｃ Ｏ **(SUMCO CORPORATION)** [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目２番１号 Tokyo (JP).

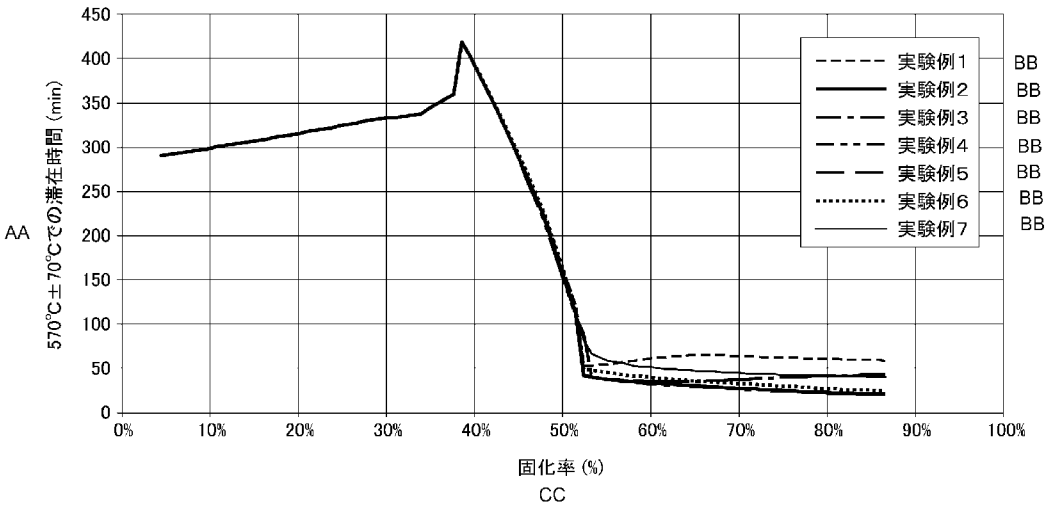
(72) 発明者: 鳴 嶋　康 人 **(NARUSHIMA Yasuhito)**; 〒8568555 長崎県大村市雄ケ原町１３２４番地２ ＳＵＭＣＯ ＴＥＣＨＸＩＶ株式会社内 Nagasaki (JP). 前川 浩一 **(MAEGAWA Koichi)**; 〒8568555 長崎県大村市雄ケ原町１３２４番地２ ＳＵＭＣＯ ＴＥＣＨＸＩＶ株式会社内 Nagasaki (JP). 小川 福生 **(OGAWA Fukuo)**; 〒8568555 長崎県大村市雄ケ原町１３２４番地２ ＳＵＭＣＯ ＴＥＣＨＸＩＶ株式会社内 Nagasaki (JP). 川上 泰史 **(KAWAKAMI Yasufumi)**; 〒8568555 長崎県大村市雄ケ原町１３２４番地２ ＳＵＭＣＯ ＴＥＣＨＸＩＶ株式会社内 Nagasaki (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人樹之下知的財産事務所 **(KINOSHITA & ASSOCIATES)**; 〒1670051 東

WO 2018/198797 A1

(54) Title: SINGLE CRYSTAL SILICON PRODUCTION METHOD, EPITAXIAL SILICON WAFER PRODUCTION METHOD, SINGLE CRYSTAL SILICON, AND EPITAXIAL SILICON WAFER

(54) 発明の名称： シリコン単結晶の製造方法、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法、シリコン単結晶、および、エピタキシャルシリコンウェーハ



AA　Dwell time at 570°C ± 70°C
BB　Example
CC　Solidification rate

(57) Abstract: This single crystal silicon production method comprises adding red phosphorous to a silicon melt in such a manner that the electric resistivity of the single crystal silicon is 0.5 mΩ·cm or higher but lower than 0.7 mΩ·cm, and pulling-up the single crystal silicon such that the time taken for the temperature of at least a portion of the straight trunk

［続葉有］

京都杉並区荻窪五丁目２６番１３号３階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

section of the single crystal silicon to reach a temperature range of 570°C ± 70°C is 10 to 50 minutes.

(57) 要約：シリコン単結晶の製造方法は、シリコン単結晶の電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、シリコン融液に赤リンを添加し、シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下となるように、シリコン単結晶を引き上げる。

明　細　書

発明の名称 ：

シリコン単結晶の製造方法、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法、シリコン単結晶、および、エピタキシャルシリコンウェーハ

技術分野

[0001] 本発明は、シリコン単結晶の製造方法、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法、シリコン単結晶、および、エピタキシャルシリコンウェーハに関する。

背景技術

[0002] 例えば、パワーＭＯＳ（Metal Oxide Semiconductor）トランジスタ用のエピタキシャルシリコンウェーハは、電気抵抗率が非常に低いことが要求される。上述のような要求を満たすために、ｎ型ドーパントとしてリン（Ｐ）が高濃度にドープされたシリコンウェーハと、エピタキシャル膜とを備えたエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法が検討されている（例えば、特許文献１参照）。

[0003] 特許文献１に記載の製造方法では、電気抵抗率が０．７ｍΩ・ｃｍ以上０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように赤リンを含有するシリコン単結晶を製造する。前記シリコン単結晶の製造の際、シリコン単結晶の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が、２０分以上２００分以下になるように、シリコン単結晶を引き上げる。

前記シリコン単結晶から得られたシリコンウェーハにエピタキシャル膜を形成すると、シリコンウェーハにおける微小ピットの発生が抑制され、前記微小ピットに起因する積層欠陥（スタッキングフォルト、以下、ＳＦという）の発生も抑制される。その結果、９０ｎｍ以上のＬＰＤ（Light Point Defect）の密度が０．１個／ｃｍ^{2}以下になり、電気抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特許第５８９０５８７号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] ところで、近年、電気抵抗率が０．７ｍΩ・ｃｍ未満のｎ型のシリコンウェーハのニーズが生じている。そこで、このニーズに応えるために、特許文献１に記載のような方法を適用することが考えられる。

[0006] しかしながら、上述のように電気抵抗率が非常に低い場合には、特許文献１に記載の方法を適用しても、ＳＦの発生を抑制できず、高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを製造できないという問題がある。

[0007] 本発明の目的は、電気抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを得ることが可能なシリコン単結晶の製造方法、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法、及びシリコン単結晶を提供することと、電気抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを提供することにある。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明のシリコン単結晶の製造方法は、チャンバと、このチャンバ内に配置され、シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部とを備えた単結晶引き上げ装置を利用する。前記シリコン単結晶の製造方法は、前記シリコン単結晶の電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下となるように、前記シリコン単結晶を引き上げることを特徴とする。

[0009] シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間（以下、５７０℃±７０℃での滞在時間と称す

ることもある）が５０分を超える場合は、電気抵抗率が０．７ｍΩ・ｃｍ以上の場合とは異なり、ＳＦが多発してしまう。一方、上記滞在時間が１０分未満の場合は、熱ショックでシリコン単結晶が割れる危険性がある。

本発明によれば、シリコン単結晶の前記少なくとも一部の領域から得られるシリコンウェーハに対して、エピタキシャル膜形成前の水素ベーク工程と同様の熱処理（１２００℃の水素雰囲気中で３０秒間加熱）を行うと、ＳＦの発生原因である微小ピットの密度を２．５個／ｃｍ^{2}以下にすることができる。したがって、上述のようなシリコン単結晶を用いてエピタキシャルシリコンウェーハを製造すると、ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで測定される９０ｎｍ以上のＬＰＤの密度を２．５個／ｃｍ^{2}以下にすることができる。よって、電気抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。

シリコン融液に赤リンとともに、ゲルマニウム（Ｇｅ）を添加してもよい。上述のような構成にすれば、シリコンウェーハとエピタキシャル膜との界面部分での赤リンの濃度差に起因する転位欠陥（ミスフィット転位）の発生をさらに抑制することができる。

[0010] 本発明の別のシリコン単結晶の製造方法は、チャンバと、前記チャンバ内に配置され、シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、前記坩堝を加熱する加熱部と、種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部とを備えた単結晶引き上げ装置を利用する。前記シリコン単結晶の製造方法は、前記シリコン単結晶の電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記シリコン単結晶を引き上げる単結晶形成工程と、前記シリコン単結晶を冷却する冷却工程とを備える。前記冷却工程は、前記シリコン単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離した後、１８０分以内に前記シリコン単結晶を４００ｍｍ以上上昇させる。

[0011] 本発明によれば、シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における５７０℃±７０℃での滞在時間を１０分以上５０分以下にすることができ

る。前記シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域から得られるシリコンウェーハに対して、水素ベーク工程と同様の熱処理を行うと、ＳＦの発生原因である微小ピットの密度を２．５個／ｃｍ^{2}以下にすることができる。したがって、電気抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。

本発明においても、シリコン融液に赤リンとともに、ゲルマニウムを添加してもよい。

[0012] 本発明のシリコン単結晶の製造方法において、前記冷却工程は、前記加熱部のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にした状態で前記シリコン単結晶を上昇させることが好ましい。特に、加熱部のパワーを０％にすることが好ましい。

[0013] 本発明によれば、冷却工程におけるシリコン単結晶の熱量をより低くでき、シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における５７０℃±７０℃での滞在時間が１０分以上５０分以下となる範囲をさらに広げることができる。

「前記加熱部のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にした状態で前記シリコン単結晶を上昇させる」ために、シリコン単結晶をドーパント添加融液から切り離す前、シリコン単結晶をドーパント添加融液から切り離すと同時、シリコン単結晶をドーパント添加融液から切り離した後の、いずれかのタイミングで加熱部のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にしてもよい。

[0014] 本発明のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法は、上述のシリコン単結晶の製造方法で製造されたシリコン単結晶からシリコンウェーハを切り出すウェーハ切り出し工程と、前記シリコンウェーハを水素雰囲気中で加熱する水素ベーク工程と、前記シリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成するエピタキシャル膜形成工程とを備えていることを特徴とする。

[0015] 本発明のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法において、前記水素ベーク工程前の前記シリコンウェーハに対して、１２００℃以上１２２０℃

以下のアルゴン雰囲気中で６０分以上１２０分以下の熱処理を行うアルゴンアニール工程を備えていることが好ましい。

[0016] 本発明によれば、微小ピットの発生原因である酸素と赤リンのクラスター（微小析出物）をアルゴンアニール工程により溶体化することができ、ＬＰＤの密度が０．３個／ｃｍ^{2}未満という高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを製造することができる。

[0017] 本発明のシリコン単結晶は、赤リンを含有し、電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満である。前記シリコン単結晶は、前記シリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハに対して１２００℃の水素雰囲気中で３０秒間加熱する熱処理を施した後に測定した、前記シリコンウェーハの表面における９０ｎｍ以上のＬＰＤの密度が２．５個／ｃｍ^{2}以下である結晶領域を含む直胴部を有する。

[0018] 本発明のエピタキシャルシリコンウェーハは、上述のシリコン単結晶の前記直胴部における前記結晶領域から切り出されたシリコンウェーハと、前記シリコンウェーハ上に設けられたエピタキシャル膜とを備える。前記エピタキシャル膜の表面におけるＬＰＤの密度が２．５個／ｃｍ^{2}以下である。

本発明の別のエピタキシャルシリコンウェーハは、上述のシリコン単結晶の前記直胴部における前記結晶領域から切り出されたシリコンウェーハと、前記シリコンウェーハ上に設けられたエピタキシャル膜とを備える。前記エピタキシャル膜の表面におけるＬＰＤの密度が０．３個／ｃｍ^{2}以下である。

図面の簡単な説明

[0019] [図1]本発明に係るシリコン単結晶の製造条件を導くための実験１の結果であり、冷却開始からの経過時間と冷却開始からの結晶上昇量との関係を示すグラフ。

[図2]前記実験１における固化率と５７０℃±７０℃での滞在時間との関係を示すグラフ。

[図3]図２における固化率が５０％以上の結果を拡大して示すグラフ。

[図4]前記シリコン単結晶の製造条件を導くための実験２の結果であり、エピ

タキシャルシリコンウェーハの電気抵抗率とＬＰＤ密度との関係を示すグラフ。

[図5]本発明の一実施形態に係る単結晶引き上げ装置の概略構成を示す模式図。

[図6]本発明の変形例におけるマルチ引き上げ法による単結晶の製造方法を示す模式図。

[図7]本発明の他の変形例における抜き取り引き上げ法による単結晶の製造方法を示す模式図。

[図8]本発明のさらに他の変形例におけるヒーター（アフターヒーター）の設置効果を表すグラフであって、固化率と単結晶中心の温度との関係を示すグラフ。

[図9]前記さらに他の変形例におけるヒーター（アフターヒーター）の設置効果を表すグラフであって、固化率と５７０℃±７０℃での滞在時間との関係を示すグラフ。

発明を実施するための形態

[0020] ［本発明を導くに至った経緯］

〔実験１：冷却工程の条件と５７０℃±７０℃での滞在時間およびＬＰＤの発生状況との関係調査〕

ＣＺ法（チョクラルスキー法）を用いたシリコン単結晶の製造では、シリコン単結晶を引き上げる単結晶形成工程と、シリコン単結晶を冷却する冷却工程とを行う。単結晶形成工程は、種子結晶に連続し直径が徐々に増加する肩部を形成する工程（肩部形成工程）と、肩部に連続して形成され直径が略均一の直胴部を形成する工程（直胴部形成工程）と、直胴部の下端に連続し直径が徐々に減少してゼロになるテール部を形成する工程（テール部形成工程）とを備えている。

テール部形成工程が終了した後、冷却工程を行い、シリコン単結晶を引き上げ装置から取り出す。

上述のような製造条件のため、シリコン単結晶の下端に近くなるほど（固

化率が大きくなるほど）、ドーパント添加融液から出た後の冷却時間が短くなるため急冷され、５７０℃±７０℃での滞在時間が短くなると考えられる。

肩部の上端における固化率を０％として、以下の説明を行う。

[0021] 本発明者らは、電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満のシリコン単結晶においても、５７０℃±７０℃での滞在時間をより短くすることで、ＳＦの発生をさらに抑制することができるか否かを調べた。

[0022] まず、実験例１のシリコン単結晶を製造し、各固化率における５７０℃±７０℃での滞在時間を調べた。この際、上述の単結晶形成工程を行った後、テール部がドーパント添加融液から切り離れた直後に、坩堝を加熱する加熱部の電源をオフにした。冷却工程においては、図１に示すような条件でシリコン単結晶を上昇させた。冷却工程の開始を意味する図１における「冷却開始」とは、「シリコン単結晶がドーパント添加融液から離れるとき」を表し、「結晶上昇量」とは、「シリコン単結晶がドーパント添加融液から離れてからの上昇量」を表す。

実験例１では、冷却開始から１分間でシリコン単結晶を１００ｍｍ上昇させ、その後の１４分間で、ドーパント添加融液表面から２２０ｍｍの位置まで等速度で上昇させた。その後、シリコン単結晶をそのまま放置し、冷却開始から１８０分経過後に、シリコン単結晶を引き上げ装置から取り出した。

[0023] 図１に示すような条件で実験例２のシリコン単結晶を製造し、各固化率における５７０℃±７０℃での滞在時間を調べた。実験例２では、冷却開始１分までは実験例１と同じ条件を適用し、その後の１０２分間でシリコン単結晶をドーパント添加融液表面から１０００ｍｍの位置まで等速度で上昇させた。そして、冷却開始から１８０分を経過するまでそのままシリコン単結晶を放置した後、シリコン単結晶を引き上げ装置から取り出した。

実験例１および実験例２において、シリコンウェーハの電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、ドーパントとして赤リンをシリコン融液に添加して、ドーパント添加融液を生成した。ドーパン

ト添加融液のチャージ量を１００ｋｇとした。シリコン単結晶の直径を２１０ｍｍにした。

実験例１および実験例２における５７０℃±７０℃での滞在時間を図２および図３に示す。図３に示すような領域Ａであって、固化率が約５２％以上約８７％以下の領域における５７０℃±７０℃での滞在時間は、実験例１では５０分を超えていたのに対して、実験例２では５０分以下となっていた。

[0024] 次に、図３において、実験例１および実験例２のシリコン単結晶における固化率が約５２％以上約８７％以下の領域Ａから、複数の固化率に対応する直径２００ｍｍのシリコンウェーハをそれぞれ１０枚ずつ切り出した。前記切り出したシリコンウェーハに、エピタキシャル膜形成前に行う水素ベーク工程を実施し、ＬＰＤを評価した。水素ベーク工程では、シリコンウェーハを１２００℃の水素雰囲気中で３０秒間加熱した。ＬＰＤの個数は、ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで測定し、そのときのＬＰＤの測定対象を、９０ｎｍ以上のものとした。

[0025] [表1]

	実験例1	実験例2	実験例3	実験例4	実験例5	実験例6	実験例7
結晶最大上昇量 (mm)	220	1000	400	600	800	1000	400
結晶最大上昇位置までの所要時間(分)	15	103	34	57	78	180	180
平均LPD個数 (個/枚)	10000	146	663	293	201	160	764
平均LPD密度 (個/cm^2)	31.52	0.46	2.09	0.92	0.63	0.50	2.41

[0026] 表１に示すように、平均ＬＰＤ個数および平均ＬＰＤ密度ともに、実験例１よりも実験例２の方が小さいことがわかった。特に、平均ＬＰＤ密度は、実験例１では３１．５２個／ｃｍ^{2}であったのに対し、実験例２では０．４６個／ｃｍ^{2}であり、実験例２の条件を適用することで、ＬＰＤ発生抑制効果がさらに高くなることがわかった。

上記特許文献１にも記載されているように、水素ベーク工程後に発生する

微小ピットを、ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで９０ｎｍ以上のＬＰＤとして測定することができる。このことから、実験例２のシリコン単結晶から得られるシリコンウェーハにおける水素ベーク工程後の微小ピットの密度は、０．４６個／ｃｍ^{2}であると考えられる。

[0027] さらに、冷却工程の許容条件を調査するために、図１に示すような条件で実験例３～実験例７のシリコン単結晶を製造し、各固化率における５７０℃±７０℃での滞在時間を調べた。なお、シリコンウェーハの電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、ドーパントとして赤リンをシリコン融液に添加した。

[0028] 実験例３～実験例６では、冷却開始１分までは実験例１と同じ条件を適用した。

実験例３では、冷却開始１分後からの３３分間でシリコン単結晶をドーパント添加融液表面から４００ｍｍの位置まで等速度で上昇させ、冷却開始から１８０分を経過するまでそのまま放置した後、引き上げ装置から取り出した。

実験例４では、冷却開始１分後からの５６分間でシリコン単結晶をドーパント添加融液表面から６００ｍｍの位置まで等速度で上昇させ、冷却開始から１８０分を経過するまでそのまま放置した後、引き上げ装置から取り出した。

実験例５では、冷却開始１分後からの７７分間でシリコン単結晶をドーパント添加融液表面から８００ｍｍの位置まで等速度で上昇させ、冷却開始から１８０分を経過するまでそのまま放置した後、引き上げ装置から取り出した。

実験例６では、冷却開始１分後からの１７９分間でシリコン単結晶をドーパント添加融液表面から１０００ｍｍの位置まで等速度で上昇させ、引き上げ装置から取り出した。

実験例７では、冷却開始からの１８０分間でシリコン単結晶をドーパント添加融液表面から４００ｍｍの位置まで等速度で上昇させ、引き上げ装置か

ら取り出した。

[0029] 図３に示す、固化率が約５２％以上約８７％以下の領域Ａにおける５７０℃±７０℃での滞在時間は、実験例３、実験例５、実験例６において５０分以下となった。実験例４では、固化率が約５３％以上約８７％以下の領域Ｂにおいて、５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分以下となった。実験例７では、固化率が約６２％以上約８７％以下の領域Ｃにおいて、５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分以下となった。

これらのことから、冷却工程において、シリコン単結晶をドーパント添加融液から切り離した後、１８０分以内にシリコン単結晶を４００ｍｍ以上上昇させることで、シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における５７０℃±７０℃での滞在時間を、５０分以下にすることができることがわかった。

[0030] 次に、実験例３～実験例７のシリコン単結晶における、５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分以下の領域から、複数の固化率に対応するシリコンウェーハをそれぞれ１０枚ずつ切り出した。前記切り出したシリコンウェーハに、実験例２と同様に水素ベーク工程を実施し、ＬＰＤを評価した。

表１に示すように、平均ＬＰＤ個数および平均ＬＰＤ密度ともに、実験例１よりも実験例３～実験例７の方が小さく、実験例３～実験例７の平均ＬＰＤ密度は、それぞれ２．５個／ｃｍ^{2}以下であった。

[0031] 以上の結果から、赤リンを含有し、電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満のシリコン単結晶を製造するに際し、シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分以下となるように、シリコン単結晶を引き上げることで、前記シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域が急冷され、前記急冷した領域から得られるシリコンウェーハに対して、水素ベーク工程と同様の熱処理を行ったときに、ＬＰＤ密度を２．５個／ｃｍ^{2}にすることができることがわかった。

[0032] 〔実験２：アルゴンアニール工程の有無とＬＰＤの発生状況との関係調査〕

実験例１（５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分を超えている（急冷無し））と同じ条件で製造したシリコン単結晶を準備し、図３の領域Ａから複数のシリコンウェーハを切り出した。そして、切り出したシリコンウェーハのうち約半数を用いて、以下の表２に示すような条件で、実験例８のエピタキシャルシリコンウェーハを製造し、残りの約半数を用いて実験例９のエピタキシャルシリコンウェーハを製造した。

[0033] 実験例８では、シリコンウェーハに対して、水素ベーク工程、エピタキシャル膜形成工程を行った。水素ベーク工程は、実験１と同じ条件で行った。エピタキシャル膜形成工程は、以下の条件で行った。

［エピタキシャル膜形成条件］

ドーパントガス：フォスフィン（PH_3）ガス

原料ソースガス：トリクロロシラン（$SiHCl_3$）ガス

キャリアガス：水素ガス

成長温度：１０８０℃

エピタキシャル膜の厚さ：３μｍ

エピタキシャル膜の電気抵抗率：１Ω・ｃｍ

[0034] 実験例９では、水素ベーク工程前に、以下の条件でアルゴンアニール工程を行ったこと以外は、実験例８と同様の工程を行った。

［アルゴンアニール条件］

雰囲気：アルゴンガス

熱処理温度：１２００℃

熱処理時間：６０分

[0035] 実験例２（５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分以下（急冷有り））と同じ条件で製造したシリコン単結晶を準備し、図３の領域Ａから複数のシリコンウェーハを切り出した。そして、切り出したシリコンウェーハのうち約半数を用いて実験例１０のエピタキシャルシリコンウェーハを製造し、残りの約半数を用いて実験例１１のエピタキシャルシリコンウェーハを製造した。

実験例１０では実験例８と同じ工程を行い、実験例１１では実験例９と同じ工程を行った。

[0036] [表2]

	実験例8	実験例9	実験例10	実験例11
570℃±70℃での滞在時間T	T＞50分（急冷無し）	T＞50分（急冷無し）	T≦50分（急冷有り）	T≦50分（急冷有り）
アルゴンアニール工程	無し	有り	無し	有り

[0037] 実験例８～実験例１１のエピタキシャルシリコンウェーハのエピタキシャル膜表面におけるＬＰＤの発生状況を、実験１と同様の方法を用いて評価した。その結果を図４に示す。図４に示す実験例８～実験例１１における各電気抵抗率に対応するサンプルは、１枚ずつである。

図４に示すように、実験例８～実験例１１のいずれにおいても、電気抵抗率の低い方が、ＬＰＤ密度が大きくなった。

実験例８～実験例１１における最大のＬＰＤ密度は、実験例８が約３０個／ｃｍ^2、実験例９が３個／ｃｍ^2、実験例１０が２．５個／ｃｍ^2、実験例１１が０．３個／ｃｍ^{2}であった。このことから、冷却工程における５７０℃±７０℃での滞在時間を５０分以下にすることで、エピタキシャルシリコンウェーハのエピタキシャル膜表面におけるＬＰＤ密度を２．５個／ｃｍ^{2}以下にすることができることがわかった。また、さらにアルゴンアニール処理を行うことで、エピタキシャルシリコンウェーハのエピタキシャル膜表面におけるＬＰＤ密度を０．３個／ｃｍ^{2}にすることができることがわかった。

５７０℃±７０℃での滞在時間が５０分を超えていても、実験例９のようにアルゴンアニール処理を行えば、ＬＰＤ密度を実験例１０とほぼ同等にすることができることがわかった。なお、実験例１０では、アルゴンアニール処理が不要な分、簡単な処理でＬＰＤ密度が低減されたエピタキシャルシリコンウェーハを製造することができることがわかった。

[0038] ［実施形態］

以下、本発明の実施形態を、図面を参照して説明する。

〔単結晶引き上げ装置の構成〕

まず、単結晶引き上げ装置の構成について説明する。

単結晶引き上げ装置１は、ＣＺ法に用いられる装置であって、図５に示すように、単結晶引き上げ装置本体３と、図示しないドーピング装置と、図示しない制御部とを備える。

単結晶引き上げ装置本体３は、チャンバ３０と、前記チャンバ３０内に配置された坩堝３１と、前記坩堝３１に熱を放射して加熱する加熱部３２と、引き上げ部としての引き上げケーブル３３と、断熱筒３４と、シールド３６とを備える。

[0039] チャンバ３０内には、制御部の制御により、チャンバ３０の上部に設けられた導入部３０Ａを介して、上方から下方に向かって不活性ガス、例えば、アルゴンガスが所定のガス流量で導入される。チャンバ３０内の圧力（炉内圧力）は、制御部により制御可能となっている。

[0040] 坩堝３１は、シリコンウェーハの原料である多結晶のシリコンを融解し、シリコン融液４とするものである。坩堝３１は、有底の円筒形状の石英製の石英坩堝３１１と、前記石英坩堝３１１の外側に配置され、石英坩堝３１１を収納する黒鉛製の黒鉛坩堝３１２とを備えている。坩堝３１は、所定の速度で回転する支持軸３７に支持されている。

加熱部３２は、坩堝３１の外側に配置されており、坩堝３１を加熱して、坩堝３１内の多結晶のシリコンを融解する。

引き上げケーブル３３は、例えば坩堝３１の上部に配置された図示しない引き上げ駆動部に、一端が接続されている。引き上げケーブル３３は、他端に、種子結晶を保持するシードホルダ３８、または、図示しないドーピング装置が適宜取り付けられる。引き上げケーブル３３は、引き上げ駆動部の駆動により回転可能に構成されている。前記引き上げケーブル３３は、制御部による引き上げ駆動部の制御により、所定の引き上げ速度で上昇する。

断熱筒３４は、坩堝３１および加熱部３２の周囲を取り囲むように配置さ

れている。

シールド３６は、加熱部３２から上方に向かって放射される輻射熱を遮断する熱遮蔽用シールドである。前記シールド３６は、シリコン融液４の表面を覆うように設置されている。前記シールド３６は、下端側の開口部が上端側の開口部より小さくなった円錐形状となっている。

[0041] ドーピング装置は、固体状態の揮発性ドーパントとしての赤リンを揮発させて、坩堝３１内のシリコン融液４にドープさせる。すなわちシリコン融液４に揮発性ドーパントとしての赤リンを添加してドーパント添加融液４１を生成するためのものである。ドーピング装置としては、筒状部の下端部をシリコン融液４に浸漬させて、赤リンをシリコン融液４に添加する構成を適用することができる。前記ドーピング装置としては、筒状部の下端部をシリコン融液４から離間させて、揮発した赤リンをシリコン融液４に吹き付けることで、赤リンをシリコン融液４に添加する構成を適用することができる。

制御部は、作業者の設定入力に基づいて、チャンバ３０内のガス流量、炉内圧力、引き上げケーブル３３の引き上げ速度を適宜制御して、シリコン単結晶６製造時の制御を行う。

[0042] 〔シリコン単結晶の製造方法〕

次に、単結晶引き上げ装置１を用いて、直径が２１０ｍｍのシリコン単結晶６を製造する方法の一例について説明する。

単結晶引き上げ装置１は、制御部の制御により、ポリシリコン素材を加熱して融解させる。その後、単結晶引き上げ装置１は、制御部の制御により、チャンバ３０内のガス流量および炉内圧力を所定の状態にして、シリコン融液４に揮発性ドーパントとしての赤リンを添加してドーパント添加融液４１を生成する。

エピタキシャルシリコンウェーハのミスフィット転位を抑制するために、赤リンとともにゲルマニウムを添加してもよい。また、赤リンの添加量は、シリコン単結晶６から切り出したシリコンウェーハの電気抵抗率が、０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるような量である。

[0043] この後、単結晶引き上げ装置１の制御部は、作業者の設定入力に基づいて、種子結晶を融液に浸漬する。その後、単結晶引き上げ装置１の制御部は、所定の引き上げ速度で種子結晶を引き上げて、一般的なサイズ（例えば、６０ｋｇ以上１８０ｋｇ以下）のシリコン単結晶６を製造する。

[0044] 前記種子結晶の引き上げの際、制御部は、ネック部形成工程、肩部６１を形成する肩部形成工程、直胴部６２を形成する直胴部形成工程、およびテール部形成工程を有する単結晶形成工程と、冷却工程とを行い、シリコン単結晶６を製造する。冷却工程では、テール部がドーパント添加融液４１から切り離れた後、前記テール部がドーパント添加融液４１から切り離れたタイミングから１８０分以内にシリコン単結晶６を４００ｍｍ以上上昇させる。冷却工程におけるシリコン単結晶６の上昇制御は、上記実験例２～実験例７のうちいずれかと同じでもよく、曲線状や段階的に上昇させてもよい。テール部がドーパント添加融液４１から切り離れた直後（冷却工程の開始直後）に、加熱部３２のパワーを、前記テール部がドーパント添加融液４１から切り離れる直前のパワーの５０％以下にすることが好ましく、０％にする（加熱部３２の電源をオフにする）ことがより好ましい。

前記冷却工程の条件は、シリコン単結晶６の直胴部６２の少なくとも一部の領域における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を１０分以上５０分以下とするための条件である。例えば、実験例２～実験例７の条件を用いた場合、５７０℃±７０℃での滞在時間は、図２に示すようになる。

[0045] 最後に製造するシリコン単結晶６以外のシリコン単結晶６の取り出しを待って冷却している間（冷却工程の間）、炉内圧力を１３．３ｋＰａ（１００ｔｏｒｒ）以上、６０ｋＰａ（４５０ｔｏｒｒ）以下に調整することが好ましい。炉内圧力が１３．３ｋＰａ未満の場合、揮発性ドーパントである赤リンが蒸発するため、次に製造するシリコン単結晶６の電気抵抗率が上昇してしまう。一方、炉内圧力が６０ｋＰａを超える場合、蒸発物がチャンバ３０内に付着しやすくなるため、シリコン単結晶６の単結晶化を阻害してしまう。

[0046] 上述のように製造されたシリコン単結晶６のうち、５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下の領域から得られるシリコンウェーハの電気抵抗率は、０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となる。シリコンウェーハの酸素濃度は、４×１０^{17}～１０×１０^{17}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}（ＩＧＦＡ（Ｉｎｅｒｔ Ｇａｓ Ｆｕｓｉｏｎ Ａｎａｌｙｓｉｓ：不活性ガス融解法））である。赤リンの濃度は、１．１×１０^{20}～１．７×１０^{20}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}である。ゲルマニウムの濃度は、３．０×１０^{19}～３．０×１０^{20}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}となる。

前記シリコンウェーハを１２００℃の水素雰囲気中で３０秒以上加熱すると、前記シリコンウェーハの表面においてＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで測定される９０ｎｍ以上のＬＰＤであって、ＳＦに起因するＬＰＤの密度は、２．５個／ｃｍ^{2}以下となる。すなわち、シリコンウェーハの表面に発生するピットの密度は２．５個／ｃｍ^{2}以下となる。

[0047]〔エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法〕

次に、上述の製造方法で製造されたシリコン単結晶６から、図示しないエピタキシャルシリコンウェーハを製造する方法について説明する。

まず、シリコン単結晶６からシリコンウェーハを切り出した（ウェーハ切り出し工程）後、前記切り出したシリコンウェーハの表層から酸素をアニールアウトするために、シリコンウェーハの水素ベーク処理を行う（水素ベーク工程）。

ここで、水素ベーク処理は、１１５０℃以上１２００℃以下の水素雰囲気中で行われ、処理時間は３０秒以上（例えば最短の３０秒間）である。

水素ベーク処理の後に、ＣＶＤ（Chemical Vapor Deposition）法によりシリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成する（エピタキシャル膜形成工程）。ここで、エピタキシャル成長のプロセス温度は、１０００℃以上１１５０℃以下の範囲内であり、望ましくは、１０５０℃以上１０８０℃以下の範囲内である。

水素ベーク工程前のシリコンウェーハに対し、アルゴンアニール処理を行

う（アルゴンアニール工程）ことが好ましい。アルゴンアニール処理は、１２００℃以上１２２０℃以下のアルゴンガス雰囲気中で行われ、処理時間は６０分以上１２０分以下である。

[0048] 以上の製造プロセスにより、シリコンウェーハの電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満と非常に低く、かつ、エピタキシャル膜のミスフィット転位が極めて少なく、かつ、ＳＦに起因するエピタキシャル膜表面におけるＬＰＤの密度も２．５個／ｃｍ^{2}以下という、エピタキシャルシリコンウェーハが製造される。前記エピタキシャルシリコンウェーハは、パワーＭＯＳトランジスタ用として十分に実用的である。

特に、アルゴンアニールを行うことで、エピタキシャル膜表面におけるＬＰＤ密度をさらに低減でき、０．３個／ｃｍ^{2}以下にすることができる。

[0049] 上述のようにシリコンウェーハの電気抵抗率が非常に低く、かつ、ＳＦに起因するＬＰＤも非常に少ない高品質のエピタキシャルシリコンウェーハは、従来の製造方法では製造不可能であり、上述した本発明に従う製造方法によってのみ製造可能な、新規なものである。

[0050] 〔変形例〕

本発明は上記実施形態にのみ限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内において種々の改良ならびに設計の変更などが可能である。

[0051] 例えば、加熱部３２のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にするタイミングは、テール部がドーパント添加融液４１から切り離れると同時であってもよく、テール部がドーパント添加融液４１から切り離れた後、シリコン単結晶６の上昇量が４００ｍｍに到達する前の任意のタイミングであってもよい。このような構成でも、加熱部３２のパワーを変更しない場合と比べて、冷却工程におけるシリコン単結晶６の熱量を低くすることができ、５７０℃±７０℃での滞在時間が１０分以上５０分以下となる範囲を広げることができる。

テール部がドーパント添加融液４１から切り離れる前に加熱部３２のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にしてもよい

が、この場合、加熱部３２のパワーをダウンしてからテール部をドーパント添加融液４１から切り離すまでの時間を、１０分以内にすることが好ましい。加熱部３２のパワーをダウンしてからテール部をドーパント添加融液４１から切り離すまでの時間が１０分を超える場合、ドーパント添加融液４１の温度が下がり、融液表面が凝固して形成された不要なシリコンがテール部に付着する危険性があるためである。

[0052] 図６に示すように、同一の石英坩堝３１１を利用し、かつ、シリコン単結晶６を引き上げるごとにポリシリコン素材４１１をチャージすることによって、複数本のシリコン単結晶６を引き上げるいわゆるマルチ引き上げ法により、シリコン単結晶６を製造してもよい。

この際、まず、７０ｋｇのポリシリコン素材を用いて、揮発性ドーパントとしての赤リンが添加されたドーパント添加融液４１を生成してから、シリコン単結晶６を引き上げる。

[0053] 上述の引き上げの際、制御部は、シリコン単結晶６におけるネック部形成工程、肩部形成工程、直胴部形成工程、テール部形成工程のうち、少なくとも直胴部形成工程における引き上げ時間を上記実施形態よりも短くして、寸法が上記実施形態のものより短い３１ｋｇのシリコン単結晶６を製造する。そして、冷却工程において、上記実施形態と同様に、テール部をドーパント添加融液４１から切り離した後、１８０分以内にシリコン単結晶６を４００ｍｍ以上上昇させる。この条件により、シリコン単結晶６全体における５７０℃±７０℃での滞在時間が、例えば図３における実験例２の領域Ａのようになる。

[0054] すなわち、上記実施形態の寸法のシリコン単結晶を製造する場合には、テール部形成工程が終了して冷却工程に入るときに、シリコン単結晶の下端部（図２における実験例２の固化率５２％より大きい部分）が５７０℃±７０℃よりも高い温度で加熱されている。前記シリコン単結晶の下端部は、この状態から急激に冷却されるため、５７０℃±７０℃となる時間が短くなる（５０分以下となる）と考えられる。一方で、シリコン単結晶の上端部（図２

における実験例２の固化率が５２％より小さい部分）では、冷却工程に入るときに５７０℃±７０℃よりも低い温度まで下がっている。前記シリコン単結晶の上端部をこの状態から急激に冷却したとしても、５７０℃±７０℃となる時間が前記シリコン単結晶の下端部と比べて長くなる（５０分を超える）と考えられる。その結果、前記シリコン単結晶の上端部でＳＦが相対的に多く発生し、前記シリコン単結晶の下端部でＳＦの発生が相対的に抑制されると考えられる。

これに対して、図６に示す製造方法では、寸法が上記実施形態よりも短いシリコン単結晶６を製造することで、テール部形成工程が終了して冷却工程に入るときに、シリコン単結晶６全体を５７０℃±７０℃よりも高い温度にすることができる。上述の状態からシリコン単結晶６全体を急激に冷却することで、５７０℃±７０℃となる時間を、図３の実験例２、実験例３、実験例５、実験例６における領域Ａ、または、実験例４における領域Ｂ、または、実験例７における領域Ｃと同様に短くすることができると考えられる。

その結果として、シリコン単結晶６の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下となり、ＬＰＤの発生をシリコン単結晶の長さ方向全長にわたってさらに抑制することができる。

[0055] １本のシリコン単結晶６の製造が終了した後、単結晶引き上げ装置１は、３１ｋｇのドーパント添加融液４１を生成するための素材４１１（シリコン、赤リン、ゲルマニウム）を石英坩堝３１１に投入して、次の３１ｋｇのシリコン単結晶６を製造する。

ここで、最後に製造するシリコン単結晶６以外の冷却工程の間、炉内圧力を１３．３ｋＰａ以上、６０ｋＰａ以下に調整することが好ましい。このように炉内圧力を調整することが好ましい理由は、上記実施形態で説明した理由と同じである。

[0056] 図７に示すよう、単結晶引き上げ装置１を用いて、同一の石英坩堝３１１を利用し、かつ、複数本分のドーパント添加融液４１を一度にチャージする。その後、複数本のシリコン単結晶６を１本ずつ引き上げるいわゆる抜き取

り引き上げ法により、上記マルチ引き上げ法で説明したシリコン単結晶６と同じサイズのシリコン単結晶６を製造してもよい。この際、冷却工程において、上記実施形態と同様に、テール部をドーパント添加融液４１から切り離した後、１８０分以内にシリコン単結晶６を４００ｍｍ以上上昇させる。

ここで、２本のシリコン単結晶６を製造する場合、１本目のシリコン単結晶６を引き上げた後の冷却工程の間、炉内圧力を１３．３ｋＰａ以上、６０ｋＰａ以下に調整することが好ましい。このように炉内圧力を調整することが好ましい理由は、上記実施形態で説明した理由と同じである。

[0057] なお、マルチ引き上げ法を行う場合でも、最後のシリコン単結晶を引き上げる際に原料を追加せず、前記抜き取り引き上げ法を適用することができる。

例えば、初期段階として、１５７ｋｇのドーパント添加融液４１をチャージして、３１ｋｇのシリコン単結晶６を５回連続で引き上げる方法を適用してもよい。このような方法によっても、シリコン単結晶６の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を１０分以上５０分以下とすることができる。

マルチ引き上げ法や抜き取り引き上げ法の冷却工程において、上記実施形態や上記変形例のように、加熱部３２のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にした状態でシリコン単結晶６を上昇させてもよい。しかし、次のシリコン単結晶６を製造する前に加熱部３２のパワーを上げる必要があるため、加熱部３２のパワーを下げずにシリコン単結晶６を上昇させることが好ましい。

[0058] 図５に二点鎖線で示すように、ヒーターとしてのアフターヒーター５１を設けてもよい。アフターヒーター５１は、例えば円筒状に形成されてもよい。アフターヒーター５１の配置位置は、ドーパント添加融液４１の表面からアフターヒーター５１の下端までの距離Ｄ１が、シリコン単結晶６の直径Ｒの１．５倍以上３．０倍以下となる位置が好ましい。距離Ｄ１がシリコン単結晶６の直径Ｒの１．５倍未満となる位置に、アフターヒーター５１を配置すると、アフターヒーター５１がドーパント添加融液４１の表面に近くなる

ため、固液界面付近の温度勾配が緩やかになり、組成的過冷却などによる有転位化が発生する危険性があるからである。

[0059] 次に、上述の位置に配置したアフターヒーター５１の作用を説明する。

単結晶引き上げ装置１にアフターヒーター５１を配置しない状態において、例えば上記実験例１と同様の条件でシリコン単結晶６を製造した。そして、テール部がドーパント添加融液４１から切り離れた時点での、各固化率における単結晶中心の温度分布を調べた。その結果を、図８に一点鎖線で示す。さらに、各固化率における５７０℃±７０℃での滞在時間を調べた。その結果を、図９に一点鎖線で示す。

図５に二点鎖線で示す位置にアフターヒーター５１を配置したこと以外は、上記実験例１と同様の条件でシリコン単結晶６を製造した。すなわち、直胴部形成工程において、シリコン単結晶６をアフターヒーター５１で加熱することでシリコン単結晶６の温度の下降を抑制しながら前記シリコン単結晶６を製造した。そして、各固化率における単結晶中心の温度分布および５７０℃±７０℃での滞在時間を調べた。それぞれの結果を、図８および図９に実線で示す。

[0060] 図８に示すように、アフターヒーター５１がある場合、テール部形成工程後に温度が６４０℃（５７０℃＋７０℃）以上となる部分が、アフターヒーター５１が無い場合よりも、長くなることを確認することができた。詳しくは、アフターヒーター５１をオンにして直胴部形成工程を行い、テール部形成工程後の冷却工程において、アフターヒーター５１をオフにするとともに、上記実施形態と同様に、テール部をドーパント添加融液４１から切り離した後、１８０分以内にシリコン単結晶６を４００ｍｍ以上上昇させ、温度が６４０℃以上の部分を急冷する。その結果として、シリコン単結晶６の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下となる部分を増やすことができる。すなわち、シリコンウェーハに発生するピットの数が２．５個／ｃｍ^{2}以下となる部分を増やすことができる。実際、図９に示すように、アフターヒーター５１を用いることにより、シリコン単結晶６の温

度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下となる部分が大幅に増加していることを確認することができた。

符号の説明

[0061] １…単結晶引き上げ装置、４…シリコン融液、６…シリコン単結晶、３０…チャンバ、３１…坩堝、３２…加熱部、３３…引き上げケーブル（引き上げ部）、４１…ドーパント添加融液、６２…直胴部。

請求の範囲

[請求項1] チャンバと、

前記チャンバ内に配置され、シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、

種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部とを備えた単結晶引き上げ装置を利用したシリコン単結晶の製造方法であって、

前記シリコン単結晶の電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記シリコン単結晶の直胴部の少なくとも一部の領域における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が１０分以上５０分以下となるように、前記シリコン単結晶を引き上げることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

[請求項2] チャンバと、

前記チャンバ内に配置され、シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、

前記坩堝を加熱する加熱部と、

種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部とを備えた単結晶引き上げ装置を利用したシリコン単結晶の製造方法であって、

前記シリコン単結晶の電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記シリコン単結晶を引き上げる単結晶形成工程と、

前記シリコン単結晶を冷却する冷却工程とを備え、

前記冷却工程は、前記シリコン単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離した後、１８０分以内に前記シリコン単結晶を４００ｍｍ以上上昇させることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

[請求項3] 請求項２に記載のシリコン単結晶の製造方法において、

前記冷却工程は、前記加熱部のパワーを、前記冷却工程の開始直前の加熱部のパワーの５０％以下にした状態で前記シリコン単結晶を上昇させることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

[請求項4] 請求項１から請求項３のいずれか一項に記載のシリコン単結晶の製造方法で製造されたシリコン単結晶からシリコンウェーハを切り出すウェーハ切り出し工程と、

前記シリコンウェーハを水素雰囲気中で加熱する水素ベーク工程と、

前記シリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成するエピタキシャル膜形成工程とを備えていることを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

[請求項5] 請求項４に記載のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法において、

前記水素ベーク工程前の前記シリコンウェーハに対して、１２００℃以上１２２０℃以下のアルゴンガス雰囲気中で６０分以上１２０分以下の熱処理を行うアルゴンアニール工程を備えていることを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

[請求項6] 赤リンを含有し、電気抵抗率が０．５ｍΩ・ｃｍ以上０．７ｍΩ・ｃｍ未満のシリコン単結晶であって、

前記シリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハに対して１２００℃の水素雰囲気中で３０秒間加熱する熱処理を施した後に測定した、前記シリコンウェーハの表面における９０ｎｍ以上のＬＰＤの密度が２．５個／ｃｍ^{2}以下である結晶領域を含む直胴部を有することを特徴とするシリコン単結晶。

[請求項7] 請求項６に記載のシリコン単結晶の前記直胴部における前記結晶領域から切り出されたシリコンウェーハと、

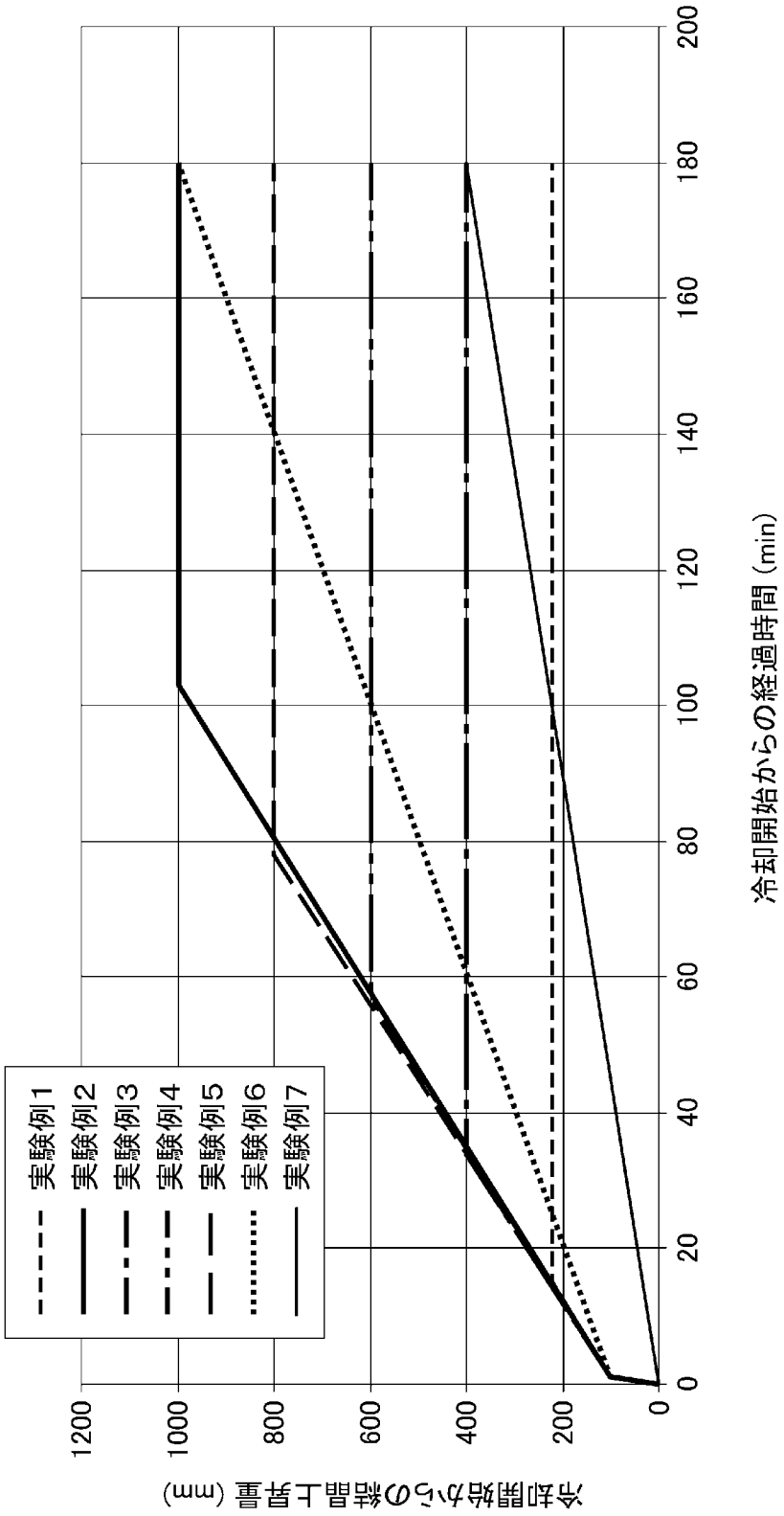
前記シリコンウェーハ上に設けられたエピタキシャル膜とを備え、前記エピタキシャル膜の表面におけるＬＰＤの密度が２．５個／ｃｍ

^{2}以下であることを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハ。

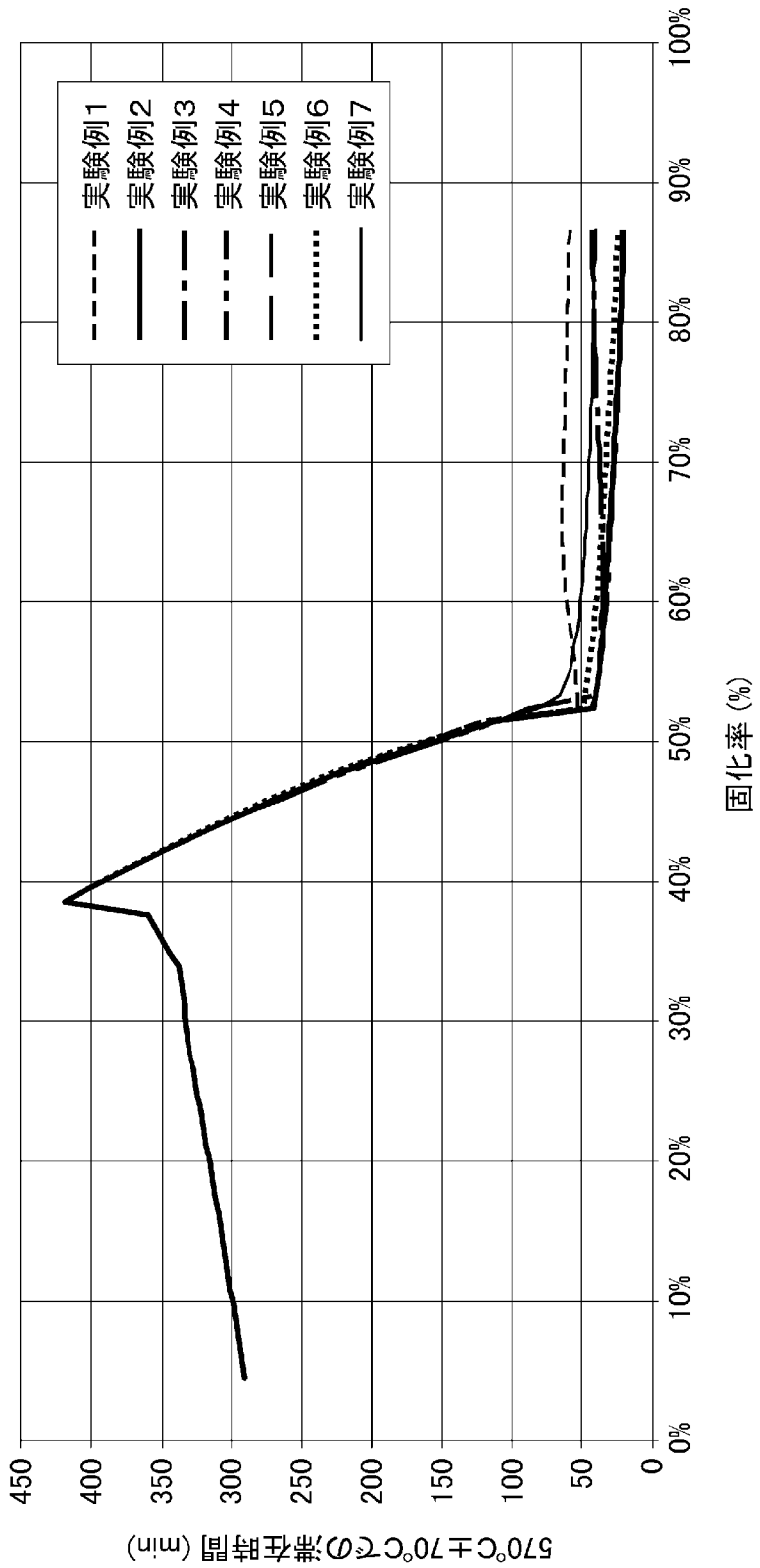
[請求項8] 請求項６に記載のシリコン単結晶の前記直胴部における前記結晶領域から切り出されたシリコンウェーハと、

前記シリコンウェーハ上に設けられたエピタキシャル膜とを備え、前記エピタキシャル膜の表面におけるＬＰＤの密度が０．３個／ｃｍ^{2}以下であることを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハ。

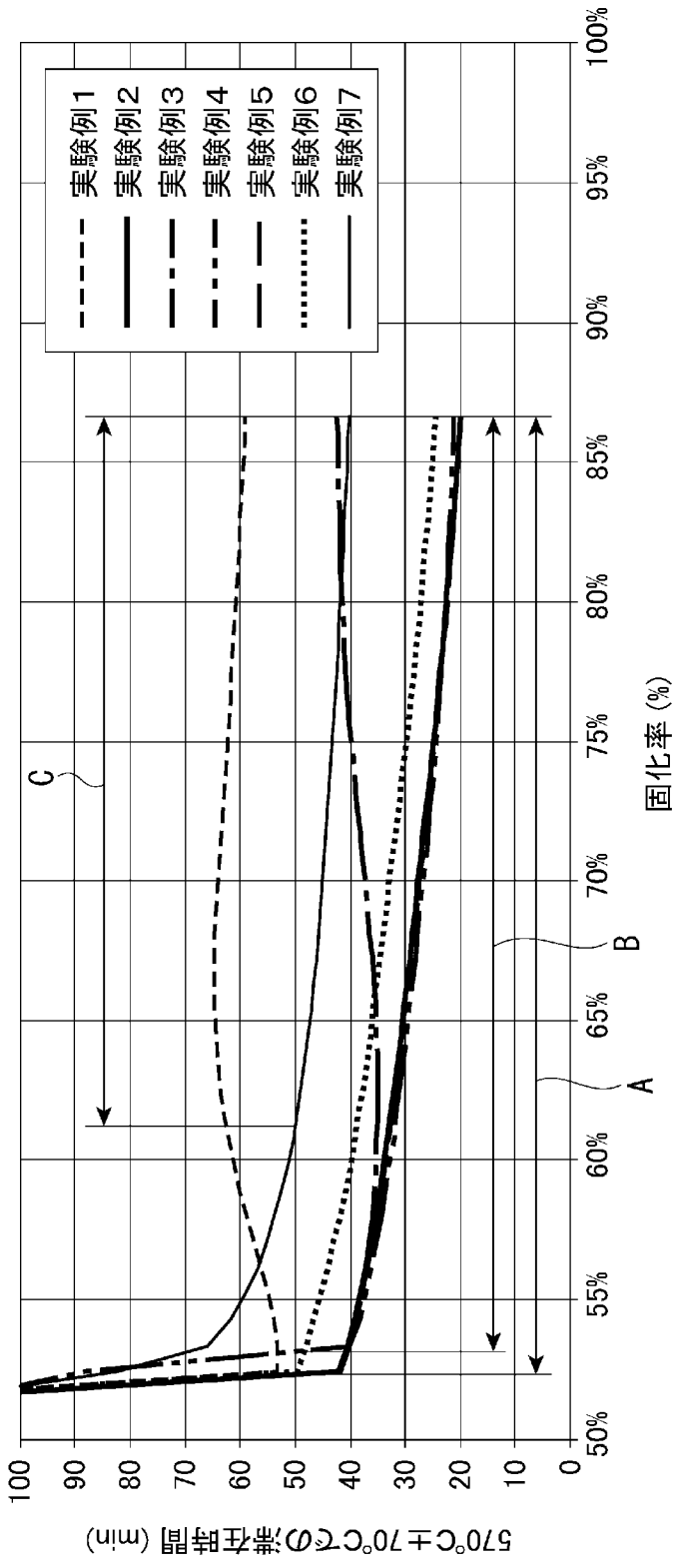
[図1]


冷却開始からの結晶上昇量 (mm)
0
200
400
600
800
1000
1200
冷却開始からの経過時間 (min)
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
200
実験例1
実験例2
実験例3
実験例4
実験例5
実験例6
実験例7

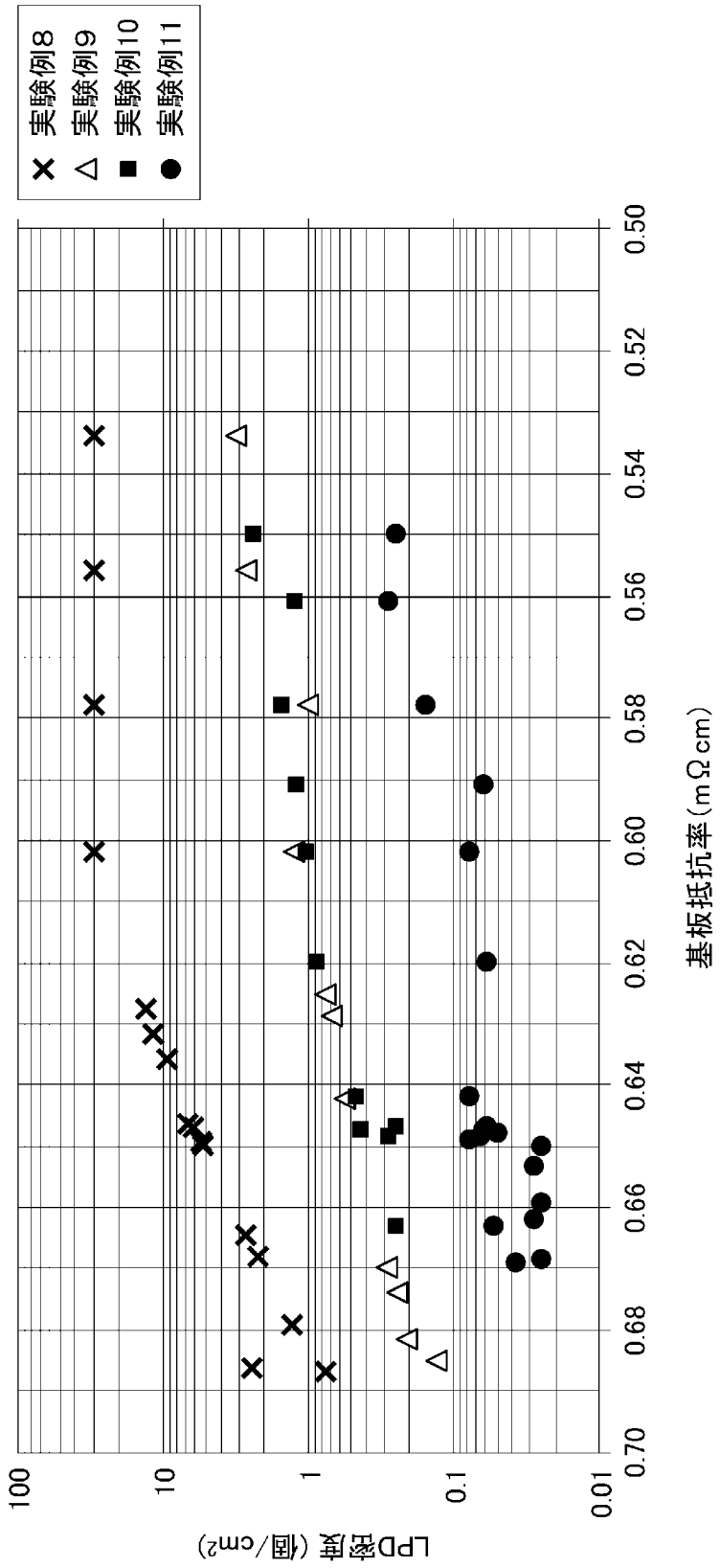
[図2]


実験例1
実験例2
実験例3
実験例4
実験例5
実験例6
実験例7
0
50
100
150
200
250
300
350
400
450
570℃＋70℃での滞在時間 (min)
0%
10%
20%
30%
40%
50%
60%
70%
80%
90%
100%
固化率 (%)

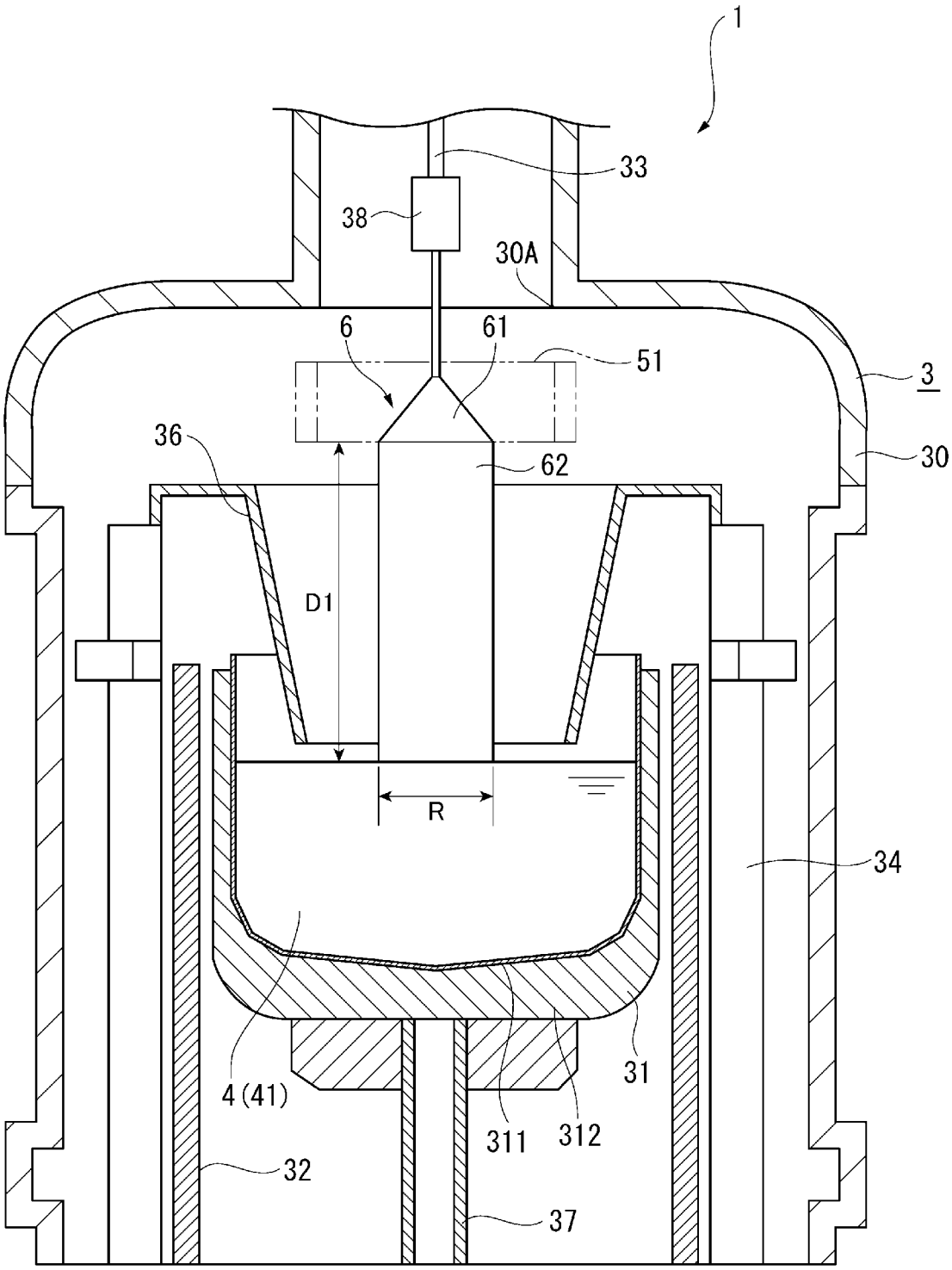
[図3]


実験例1
実験例2
実験例3
実験例4
実験例5
実験例6
実験例7
A
B
C
固化率（%）
50%
55%
60%
65%
70%
75%
80%
85%
90%
95%
100%
570℃＋70℃での滞在時間（min）
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100

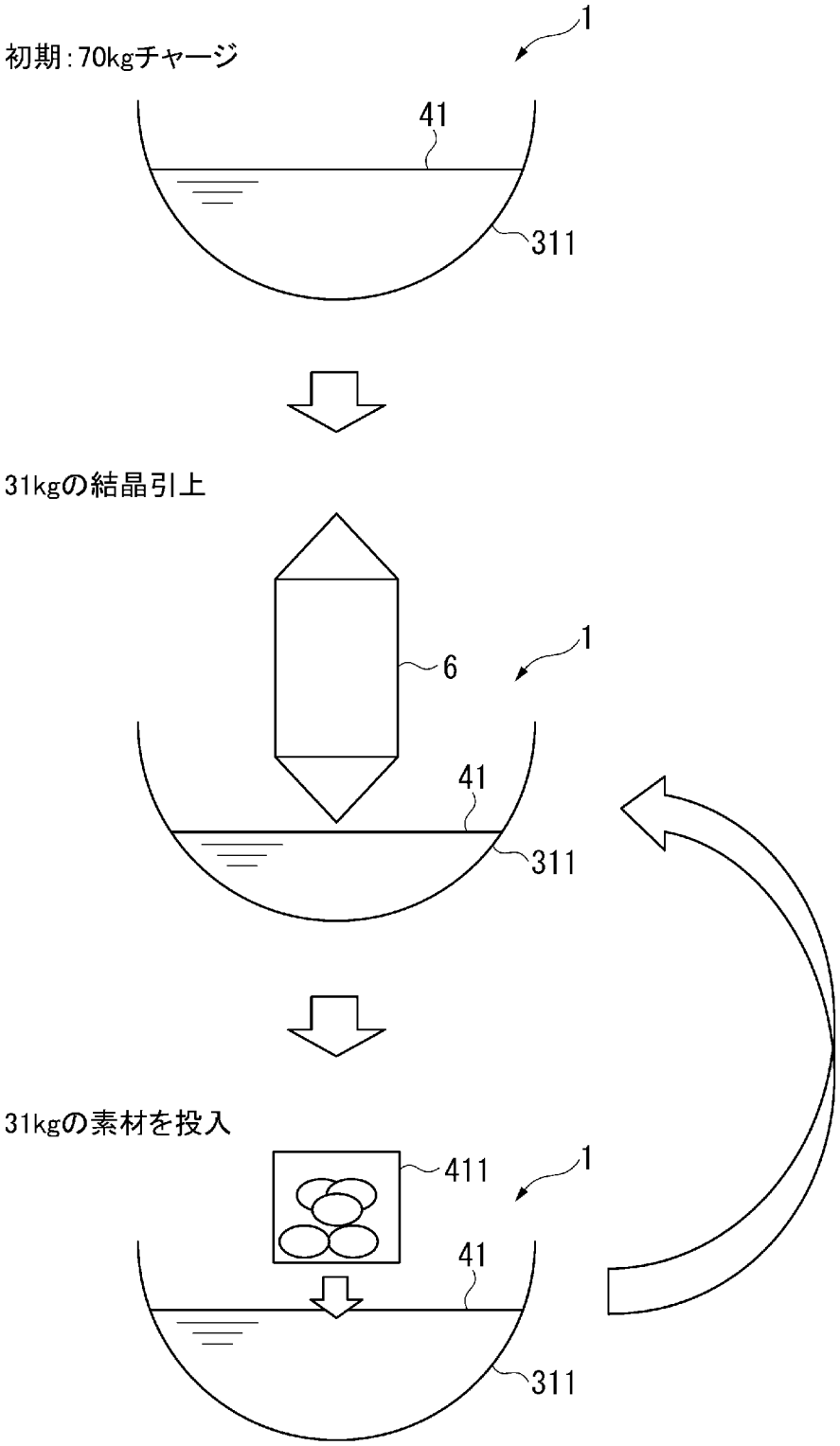
[図4]


実験例8
実験例9
実験例10
実験例11
LPD密度（個/cm2）
100
10
1
0.1
0.01
基板抵抗率（mΩcm）
0.50
0.52
0.54
0.56
0.58
0.60
0.62
0.64
0.66
0.68
0.70

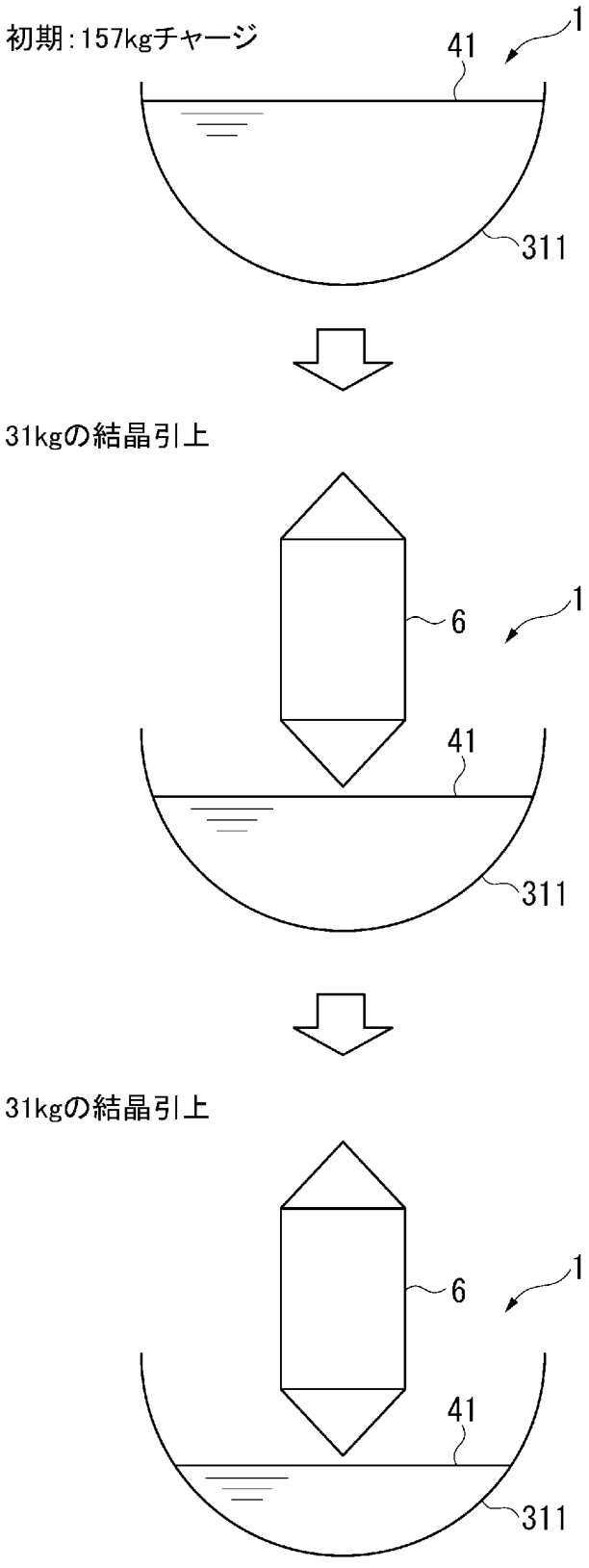
[図5]



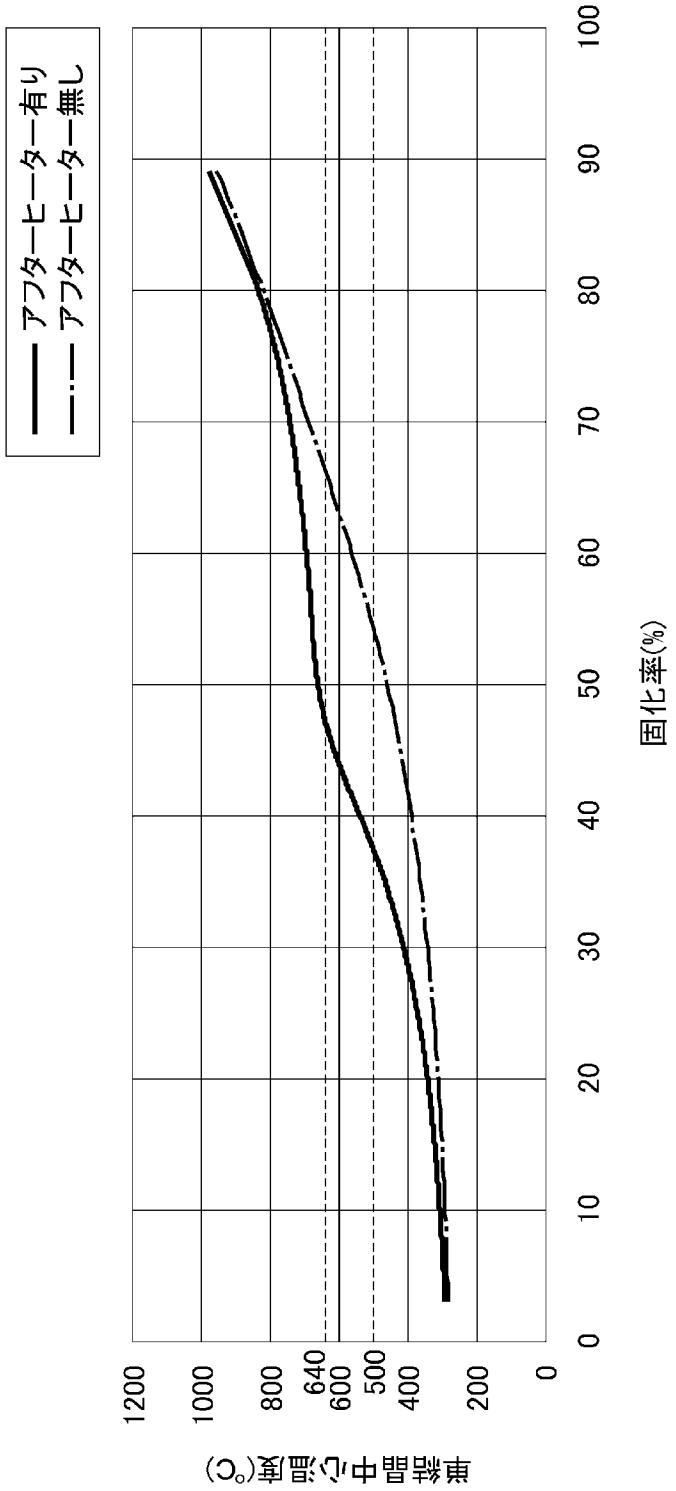
[図6]


初期：70kgチャージ
1
41
311
31kgの結晶引上
6
1
41
311
31kgの素材を投入
411
1
41
311

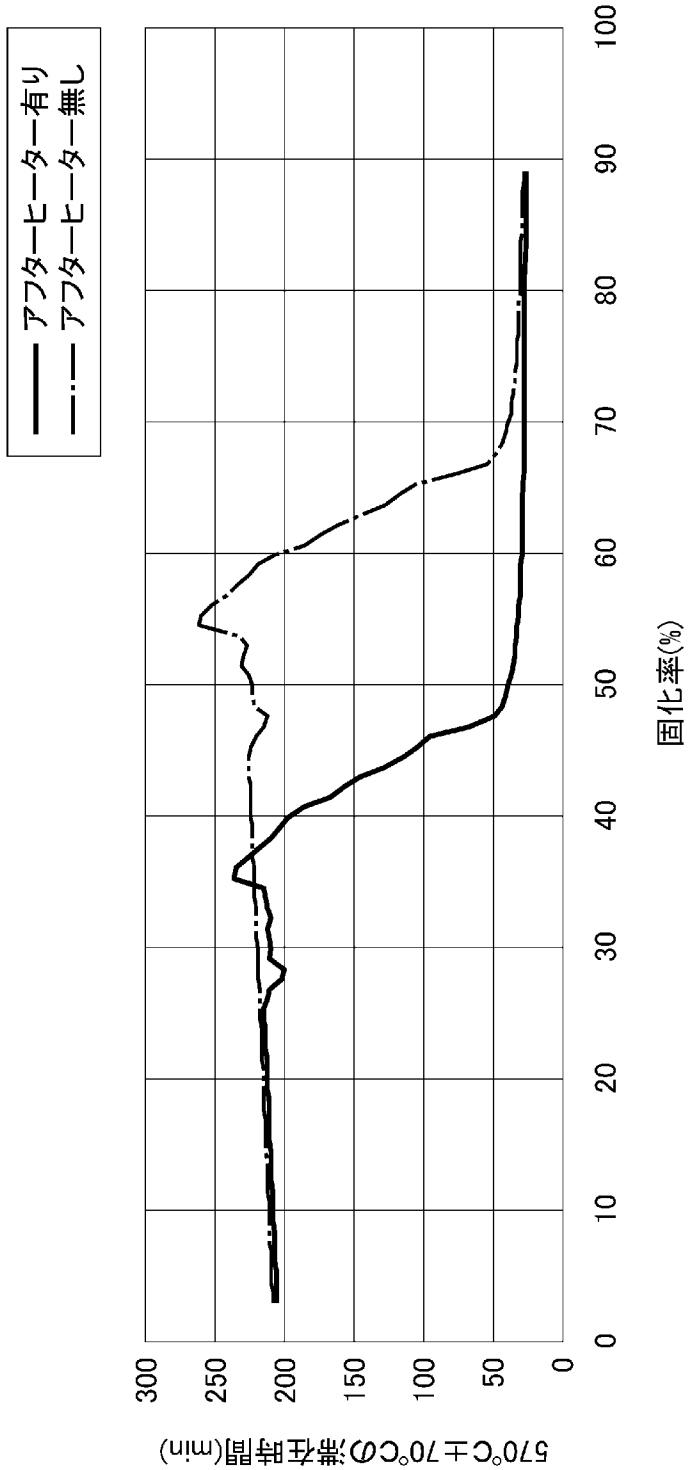
[図7]



[図8]


アフターヒーター有り
アフターヒーター無し
単結晶中心温度(°C)
1200
1000
800
640
600
500
400
200
0
固化率(%)
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100

[図9]


アフターヒーター有り
アフターヒーター無し
570℃～70℃の滞在時間(min)
固化率(%)
0
50
100
150
200
250
300
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/015381

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. C30B29/06(2006.01)i, H01L21/20(2006.01)i, H01L21/205(2006.01)i, H01L21/324(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl. C30B29/06, H01L21/20, H01L21/205, H01L21/324

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2016-121033 A (SUMCO CORPORATION) 07 July 2016, paragraphs [0026]-[0058]	1, 4, 6-8
Y	& US 2017/0283980 A1, paragraphs [0014]-[0186] & WO 2016/103748 A1 & CN 106715765 A & KR 10-2017-0106350 A	2
Y	JP 11-335197 A (NIPPON STEEL CORPORATION) 07 December 1999, paragraphs [0058]-[0185] (Family: none)	2

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search 28.06.2018	Date of mailing of the international search report 10.07.2018
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/015381

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2014/175120 A1 (SUMCO CORPORATION) 30 October 2014, paragraphs [0014]-[0059] & US 2016/0102418 A1, paragraphs [0014]-[0186] & DE 112014002133 B & CN 105121713 A	3, 5
A	JP 2007-119332 A (TOSHIBA CERAMICS CO.) 17 May 2007, paragraphs [0019]-[0025] & US 2007/0068447 A1, paragraphs [0038]-[0056] & CN 1940150 A	3, 5

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１８／０１５３８１

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C30B29/06(2006.01)i, H01L21/20(2006.01)i, H01L21/205(2006.01)i, H01L21/324(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C30B29/06, H01L21/20, H01L21/205, H01L21/324

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１８年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１８年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１８年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 2016-121033 A (株式会社ＳＵＭＣＯ) 2016.07.07, [0026]～[0058] & US 2017/0283980 A1 [0014]-[0186] & WO 2016/103748 A1	1,4,6-8
Y	& CN 106715765 A & KR 10-2017-0106350 A	2
Y	JP 11-335197 A (新日本製鐵株式会社) 1999.12.07, [0058]～[0185] (ファミリーなし)	2

☑ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
２８．０６．２０１８	１０．０７．２０１８

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｇ　９０５５
今井　淳一
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４１６

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Ａ	WO 2014/175120 A1（株式会社ＳＵＭＣＯ）2014.10.30, [0014]～[0059] & US 2016/0102418 A1 [0014]-[0186] & DE 112014002133 B & CN 105121713 A	3,5
Ａ	JP 2007-119332 A（東芝セラミックス株式会社）2007.05.17, [0019]～[0025] & US 2007/0068447 A1[0038]-[0056] & CN 1940150 A	3,5