

(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
2009年9月17日(17.09.2009)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2009/113441 A1

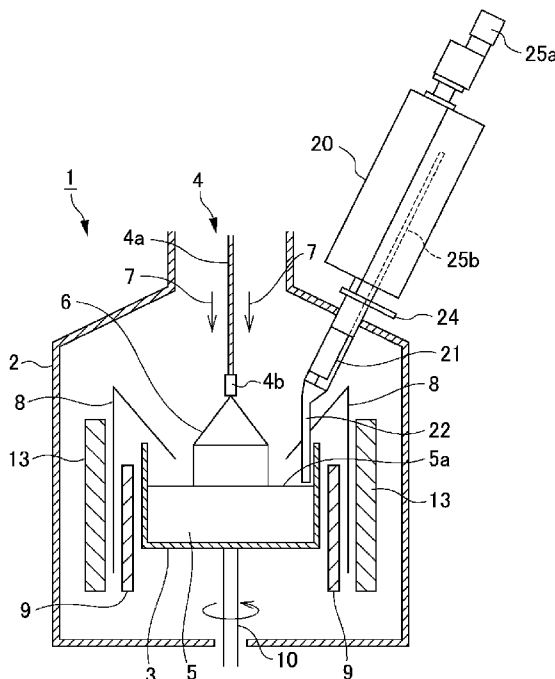
- (51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01) C30B 15/04 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/054152
- (22) 国際出願日: 2009年3月5日(05.03.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-061659 2008年3月11日(11.03.2008) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): S
UMCO TECHXIV株式会社(SUMCO
TECHXIV CORPORATION) [JP/JP]; 〒8568555 長
崎県大村市雄ヶ原町1324番地2 Nagasaki
(JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 福田 朋広
(FUKUDA, Tomohiro) [JP/JP]; 〒8568555 長崎県大
村市雄ヶ原町1324番地2 SUMCO T
ECHXIV株式会社内 Nagasaki (JP).
- (74) 代理人: 正林 真之, 外(SHOBAYASHI, Masayuki
et al.); 〒1700013 東京都豊島区東池袋1丁目25
番8号 タカセビル本館 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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB,
GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE,
KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT,
LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY,
MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO,
RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, 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, LS, MW, MZ,
NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ
(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, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF,

[続葉有]

(54) Title: SILICON SINGLE CRYSTAL PULL-UP APPARATUS AND PROCESS FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: シリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法

[図1]



(57) Abstract: Disclosed is a silicon single crystal pull-up apparatus that can grow a silicon single crystal having a desired electrical resistivity, to which a sublimable dopant has been reliably added, regardless of the length of the time necessary for the formation of a first half part of a straight body part in a silicon single crystal. Also disclosed is a process for producing a silicon single crystal. The silicon single crystal pull-up apparatus pulls up a silicon single crystal from a melt by a Czochralski method. The silicon single crystal pull-up apparatus comprises a pull-up furnace, a sample chamber that is externally mounted on the pull-up furnace and houses a sublimable dopant, a shielding mechanism that thermally shields the pull-up furnace and the sample chamber, and supply means that, after the release of shielding of the shielding mechanism, supplies the sublimable dopant into the melt.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2009/113441 A1

CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, 添付公開書類:
TG).

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

シリコン単結晶の直胴部の前半部までが形成される時間の長短によることなく、昇華性ドーパントが確実に添加された、所望の抵抗率を有するシリコン単結晶を成長することができるシリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法を提供する。このシリコン単結晶引上装置は、チョクラルスキー法により融液からシリコン単結晶を上げるシリコン単結晶引上装置であって、引上炉と、前記引上炉に外付けされており昇華性ドーパントを収容する試料室と、前記引上炉と前記試料室とを熱的に遮断する遮蔽機構と、前記遮蔽機構の遮断を解除した後に前記昇華性ドーパントを融液に供給する供給手段と、を含んでなる。

明 細 書

シリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法に関する。より具体的には、ドーパされたシリコン単結晶をチョクラスキー法により融液から引上げるシリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法に関する。

背景技術

[0002] CZ(チョクラスキー)法は、引上炉内のるつぼに融液を貯留し、この融液からシリコン単結晶を引上げ機構によって引上げて成長させる結晶成長法である。

[0003] シリコン単結晶にn型の電気的特性を与えるには、砒素、赤リン及びアンチモン等のドーパントをシリコン単結晶に添加する必要がある。これらドーパントをシリコン結晶に添加する方法としては、昇華性ドーパントが収容された試料室を、引上炉内の融液上方の所定位置まで下降し、融液から輻射される輻射熱によって昇華性ドーパントを加熱して昇華させて、昇華によって気体となった昇華性ドーパントを融液に導入する方法が取られている。

[0004] 気体となったドーパントを融液に導入する方法の1つとしては、特許文献1及び2に示すように、供給管の開口端を融液より上方に配置して、アルゴンガス等の不活性ガスからなるキャリアガスによって搬送されるドーパントを、供給管から融液に向けて吹き付ける方式が挙げられる。また、他の方式としては、供給管を融液に浸漬し、昇華して気体となったドーパントを、供給管を通じて融液に投入する方式が挙げられる。

[0005] 特許文献1には、引上げ機構と干渉しない位置にドーパ管を配置して、ドーパ管を石英るつぼの上面よりも上となる位置まで下降させて、その位置で融液から輻射される輻射熱によって収容部内のドーパントを溶解させ、さらに収容容器を融液に浸漬する位置まで下降させて、ドーパ管の開放面から溶解されたドーパントを融液に投入し、成長軸方向に不連続に異なる比抵抗範囲をもつシリコン単結晶インゴットを引上げ成長させる発明が記載されている。

[0006] 特許文献2には、中央に供給管の開放上端部を有するシールされた部屋に粒状の

ドーパントを入れ、供給管の開放下端部をシリコン融液に浸漬してドーパントを蒸発させ、蒸発したドーパントの圧力を用いてドーパントを融液に導入するための供給管アセンブリの発明が記載されている。

特許文献1:特開2005-336020号公報

特許文献2:特表2003-532611号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0007] ここで、低抵抗率で高濃度のN++型の電気的特性が得られるシリコン単結晶インゴットを得るためには、砒素As、赤磷P、アンチモンSb等のN型用のドーパントを高濃度にシリコン単結晶に添加する必要がある。なお、N++型のシリコン単結晶とは、比抵抗値が $0.01\ \Omega\text{cm}$ より小さいN型のシリコン単結晶のことである。

[0008] しかしながら、こうしたN++型のシリコン単結晶の引上げを行う際に、融液に供給しておくドーパントの濃度を高濃度にする、結晶の肩部から直胴部の前半部(概ね直径100mm前後となる部分)の間を成長させる際に、結晶の肩部や肩部の下で結晶が崩れやすい問題点があった。また、肩部の形成前に結晶の径を絞って転位を除去しようとしても、ドーパントの濃度を高濃度にする、絞りの部分をより細くし、かつ絞りの部分を長尺化する必要があり、結晶の直胴部の前半部までの成長により多くの時間がかかる問題点があった。

[0009] そのため、直胴部の前半部が成長するまではドーパントを昇華させずに保持し、直胴部の前半部が成長してから目的の電気抵抗率になるようにドーピングする必要がある。しかしながら、結晶の直胴部の前半部までの成長に時間が掛かり過ぎると、直胴部の前半部が形成される前にドーパントが昇華してしまい、所望の電気的特性を有するシリコン単結晶の成長が困難になる問題点があった。

[0010] 本発明は、こうした実情に鑑みてなされたものである。本発明の課題は、シリコン単結晶の直胴部の前半部までが形成される時間の長短によることなく、昇華性ドーパントが確実に添加された、所望の抵抗率を有するシリコン単結晶を成長させることができるシリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0011] 本発明者らは、昇華性ドーパントを高濃度でドーブしたシリコン単結晶を融液から引上げるシリコン単結晶引上装置につき種々の検討を行った。本発明者らは、引上炉と試料室との間を熱的に遮断する遮蔽機構を設けることにより、引上炉内の輻射熱が試料室内の昇華性ドーパントに影響を及ぼさなくなり、遮蔽機構の遮断を解除するまでの昇華性ドーパントの気化が防止されることを見出し、本発明を完成するに至った。
- [0012] (1) チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を融液から引上げるシリコン単結晶引上装置であって、引上炉と、前記引上炉に外付けされており昇華性ドーパントを収容する試料室と、前記引上炉と前記試料室とを熱的に遮断する遮蔽機構と、前記遮蔽機構の遮断を解除した後に前記昇華性ドーパントを融液に供給する供給手段と、を含むことを特徴とするシリコン単結晶引上装置。
- [0013] (1)の発明によれば、引上炉の内部と試料室の内部とを熱的に遮断する遮蔽機構を設けることにより、引上炉内の輻射熱が試料室内の昇華性ドーパントに影響を及ぼさなくなる。したがって、遮蔽機構の遮断を解除して昇華性ドーパントを融液に供給するまでの昇華性ドーパントの気化が防止される。そのため、シリコン単結晶の直胴部の前半部までが形成される時間によることなく、昇華性ドーパントが確実に添加された、所望の抵抗率を有するシリコン単結晶を成長させることができる。
- [0014] また、(1)の発明によれば、遮蔽機構を設けることにより、試料室と引上炉との間を遮蔽機構により熱的に遮断し、昇華性ドーパントへの引上炉内の輻射熱の影響がないようにした上で、試料室を開放して昇華性ドーパントを投入することができる。このため、昇華性ドーパントをセッティングしてから投入するまでの間、及びシリコン単結晶の直胴部の前半部までが形成されるまでの間のドーブを回避することができる。また、結晶成長が安定化する結晶の直胴部の成長中に、試料室を通じて、高濃度の昇華性ドーパントを複数回繰り返し投入することが可能になる。
- [0015] さらに、(1)の発明によれば、シリコン単結晶の直胴部の前半部までが形成されるまでの結晶成長が困難な部分へのドーブが回避される。したがって、肩部の形成前における絞りによる転位の除去をより容易にすることができる。そのため、絞り径の大径化が可能になり、絞りの部分がより大きな荷重に耐えられるようになり、N++型のシ

リコン単結晶をより大型化することができる。

- [0016] このとき、シリコン単結晶引上装置は、昇華性ドーパントを収納するドーブ管をさらに有し、供給手段として、ドーブ管と接続して気化した昇華性ドーパントを融液に供給する供給管と、試料室から供給管にドーブ管を移送する移送手段と、を含むことが好ましい。結晶成長中にドーブ管を移送することにより、シード軸にドーブ管をセットする作業、及び、シード軸からドーブ管を抜取る作業が省略される。このため、昇華性ドーパントの付け外しに要する作業時間を短縮することができる。
- [0017] (2) 前記供給手段は、融液に浸漬しない位置に配置されており、気化した前記昇華性ドーパントを融液に吹き付けるものであることを特徴とする(1)記載のシリコン単結晶引上装置。
- [0018] (2)の発明によれば、供給手段を通じて昇華性ドーパントを融液に吹き付けることにより、融液の液振、液温の低下、及び対流の変化が少なくなる。したがって、成長したシリコン単結晶の結晶崩れを低減することができる。
- [0019] (3) ドーブされたシリコン単結晶をチョクラルスキー法により成長させるシリコン単結晶の製造方法であって、引上炉と前記引上炉に外付けされた試料室とを遮蔽機構により熱的に遮断した後、前記試料室に昇華性ドーパントを収納して前記試料室を密閉し、続いて、前記遮蔽機構を開放して融液に前記昇華性ドーパントを供給することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
- [0020] (3)の発明によれば、引上炉内部と試料室内部とを遮蔽機構を用いて熱的に遮断することにより、引上炉内の輻射熱が試料室内の昇華性ドーパントに影響を及ぼさなくなり、昇華性ドーパントの気化が防止される。そのため、所望のタイミングで所定量の昇華性ドーパントを確実に融液に添加することができる。また、結晶の所望の位置から成長軸方向に対してドーピングした結晶位置で比抵抗プロファイルが急激に変化したシリコン単結晶を成長させることができる。
- [0021] また、(3)の発明によれば、遮断機構を用いて引上炉と試料室を一時的に絶縁することで、結晶成長中でも昇華性ドーパントの収納や交換の作業を行うことが可能になる。
- [0022] このとき、ドーブ管に収納したドーパントを試料室に収納するとともに、遮蔽機構を

開放した後、ドープ管を移送手段により移送して引上炉内の供給管に接続し、供給管を介して融液にドーパントを吹き付けることが好ましい。これにより、ドープ管を引上炉内のシード軸に設置する必要がなくなる。また、ドープ管の設置及び取外しに要していた作業時間が短縮されるため、昇華性ドーパントの付け外しに要する作業時間を短縮することができる。

[0023] (4) 前記遮蔽機構を開放する前に前記シリコン単結晶の直胴部の前半部までを成長させ、前記遮蔽機構を開放した後に前記シリコン単結晶の直胴部の前半部から後を成長させることを特徴とする(3)記載のシリコン単結晶の製造方法。

[0024] (4)の発明によれば、結晶の肩部から直胴部の前半部にかけて昇華性ドーパントの高濃度な添加が抑えられ、直胴部の前半部からテール部にかけて昇華性ドーパントが高濃度に添加されたシリコン単結晶が製造される。結晶の成長が不安定になりやすい結晶の肩部から直胴部の前半部にかけて昇華性ドーパントの高濃度な添加が抑えられるため、この部分での結晶の成長を安定化して、より高い歩留りでのシリコン単結晶の製造を可能にする。

[0025] (5) 前記昇華性ドーパントが砒素、赤リン及びアンチモンからなる群のうち少なくとも一種であることを特徴とする(3)又は(4)記載のシリコン単結晶の製造方法。

[0026] (5)の発明によれば、昇華性ドーパントとして砒素、赤リン及びアンチモンからなる群のうち少なくとも一種を添加することで、これらの昇華性ドーパントがドナーとして作用する。このため、N型の電気的特性を有するシリコン単結晶を製造することができる。

[0027] (6) 昇華性ドーパントを高濃度に添加することを特徴とする(5)記載のシリコン単結晶の製造方法。

[0028] (6)の発明によれば、砒素、赤リン及びアンチモンからなる群のうち少なくとも一種からなる昇華性ドーパントを高濃度に添加することにより、シリコン単結晶の比抵抗値が $0.01 \Omega \text{cm}$ より小さくなる。このため、N++型シリコン単結晶を製造することができる。

[0029] (7) (3)から(6)のいずれか記載のシリコン単結晶の製造方法により製造されたシリコン単結晶インゴット。

[0030] (7)の発明によれば、シリコン単結晶の肩部から直胴部の前半部までが形成される時間や引上げ長さの長短によることなく、所望のタイミングで昇華性ドーパントがドーブされたシリコン単結晶の成長が開始される。このため、直胴部の前半部までの結晶状態を確実に改善することができ、それに続いて成長する昇華性ドーパントのドーブされたシリコン単結晶の結晶状態もより良いものにすることができる。

発明の効果

[0031] 本発明によれば、引上炉の内部と試料室の内部とを熱的に遮断する遮蔽機構を設けることにより、引上炉内の輻射熱が試料室内の昇華性ドーパントに影響を及ぼさなくなり、遮蔽機構の遮断を解除するまでの昇華性ドーパントの気化が防止される。このため、シリコン単結晶の直胴部の前半部までが形成される時間の長短によることなく、昇華性ドーパントが確実に添加された、所望の抵抗率を有するシリコン単結晶を成長させることができるシリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0032] [図1]本実施形態のシリコン単結晶引上装置の断面図を示す。

[図2]本実施形態のシリコン単結晶引上装置の要部斜視図を示す。

発明を実施するための形態

[0033] 以下、本発明について具体的に説明する。

[0034] 本発明のシリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法は、引上炉と、引上炉に外付けされており昇華性ドーパントを収容する試料室と、引上炉と試料室とを熱的に遮断する遮蔽機構と、遮蔽機構の遮断を解除した後に昇華性ドーパントを融液に供給する供給手段と、を含むことを特徴とする。

[0035] 以下、必要に応じて図1及び図2を参照しながら、本発明のシリコン単結晶引上装置及びシリコン単結晶の製造方法の実施形態について詳細に説明する。なお、本発明は、以下の実施形態に何ら限定されるものではなく、本発明の目的の範囲内において、適宜変更を加えて実施することができる。また、説明が重複する箇所については、適宜説明を省略する場合があるが、発明の趣旨を限定するものではない。

[0036] <<シリコン単結晶引上装置>>

本発明の第一の実施形態は、シリコン単結晶引上装置である。図1は本実施形態のシリコン単結晶引上装置の断面図を示し、図2は本実施形態のシリコン単結晶引上装置の要部斜視図を示す。

[0037] [引上炉]

図1及び図2に示すように、本実施形態のシリコン単結晶引上装置1は、CZ法による結晶成長に用いることのできる引上炉(チャンバ)2を備えている。

[0038] 引上炉2の内部には、多結晶シリコン(Si)からなる原料を溶融した融液5を収容する坩堝3が設けられている。坩堝3は、例えば石英で構成されている。坩堝3の周囲には、坩堝3の中にある原料を加熱して溶融するヒータ9が設けられている。このヒータ9と引上炉2の内壁との間には、保温筒13が設けられている。

[0039] また、坩堝3の上方には、引上げ機構4が設けられている。引上げ機構4は、引上げ用ケーブル4aと、引上げ用ケーブル4aのその先端にある種結晶ホルダ4bとからなる。この種結晶ホルダ4bによって種結晶が把持される。

[0040] ここで、坩堝3の中に原料を入れ、ヒータ9を用いて加熱し、原料を溶融して融液5にする。融液5の溶融状態が安定化したところで、引上げ用ケーブル4aを降下して種結晶ホルダ4bに把持させた種結晶を融液5に浸漬する。種結晶を融液5になじませた後で、引上げ用ケーブル4aを上昇させ、融液5からシリコン単結晶(シリコン単結晶インゴット)6を引上げて成長させる。シリコン単結晶6を成長させる際、坩堝3を回転軸10によって回転させる。それとともに、引上げ機構4の引上げ用ケーブル4aを、回転軸10の回転方向と同じ方向又は逆の方向に回転させる。ここで、回転軸10は鉛直方向にも駆動することができ、坩堝3を任意の上方方向の位置に上下動させることもできる。

[0041] このとき、引上炉2の内部は、外気を遮断して真空状態(例えば数十Torr程度)に減圧される。また、引上炉2の内部に、不活性ガスとしてアルゴンガス7を供給しつつ、ポンプを用いて引上炉2の内部からアルゴンガス7を排気する。引上炉2の内部にアルゴンガス7を流通させることにより、引上炉2の内部で発生した蒸発物を、アルゴンガス7とともに引上炉2の外部に除去することができる。このときのアルゴンガス7の供給流量は、結晶成長の各プロセスによって各々設定することができる。

[0042] シリコン単結晶6が成長してくると、融液5の減少によって融液5と坩堝3との接触面積が変化し、坩堝3からの酸素溶解量が変化する。このため、融液5の減少により、引き上げられるシリコン単結晶6中の酸素濃度分布が影響を受ける。そこで、坩堝3の上方及びシリコン単結晶6の周囲に、熱遮蔽板8(ガス整流筒)を設ける。この熱遮蔽板8は、引上炉2の上方より供給されるアルゴンガス7を融液表面5aの中央に導き、さらに融液表面5aを経由して融液表面5aの周縁部に導く。そして、アルゴンガス7は、融液5からの蒸発物とともに、引上炉2の下部に設けた排気口から排出される。それにより、液面上のガス流速を安定化させ、融液5から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。

[0043] また、この熱遮蔽板8は、種結晶及び成長するシリコン単結晶6に対しての、坩堝3、融液5、ヒータ9等の高温部で発生する輻射熱を遮断する作用も有する。また熱遮蔽板8は、引上炉2の中で発生した不純物(例えばシリコン酸化物)等がシリコン単結晶6に付着して単結晶育成が阻害されないようにする作用も有する。ここで、熱遮蔽板8の下端と融液表面5aとの距離Dの大きさは、坩堝3の上下動によって調整してもよく、熱遮蔽板8の昇降装置による上下動によって調整してもよい。

[0044] [試料室]

試料室20は、成長させるシリコン単結晶6にドーピングさせる昇華性ドーパント(不純物)23を収容する。試料室20は、引上炉2のフランジ部に後述する遮蔽機構24を介して外付けされる。ここで、試料室20に収容する昇華性ドーパント23としては、シリコン単結晶6にN型の電気的特性を与えるためのN型用の昇華性ドーパントである、砒素As、赤燐P、又はアンチモンSbが挙げられる。特に、砒素As及び赤燐Pは、昇華可能な昇華性ドーパントであるため、これらを昇華性ドーパント23として用いることにより、比較的低い温度で固相から気相に気化させることができる。

[0045] 試料室20に昇華性ドーパント23を収容する際には、ドーピング管21に昇華性ドーパント23を収納するとともに、このドーピング管21を試料室20に収容することが好ましい。ドーピング管21を用いることで、試料室20への昇華性ドーパント23の出し入れを容易にするとともに、稼働中の引上炉2への昇華性ドーパント23の投入をより確実に行うことができる。ここで、ドーピング管21の材質は、メルト輻射熱による高温に耐えられる材質、具

体的には石英を用いることができる。

[0046] 試料室20には真空ポンプ及びアルゴンガスラインを設けることが好ましい。真空ポンプ及びアルゴンガスラインを設けることで、試料室20の内部の圧力が引上炉2と独立して減圧され、又は常圧に戻される。このため、ゲートバルブを開放した時やドープ管21を取り外した時に、試料室20の内部における急激な圧力変化を低減することができる。

[0047] また、試料室20には冷却機構を設けることが好ましい。冷却機構を設けることで、引上炉2の中で加熱されたドープ管21が、冷却機構とアルゴンガスとの併用で効率よく冷却される。このため、ドープ管21の交換をよりスムーズにすることができる。

[0048] 試料室20と引上炉2との間には、遮蔽機構24の他に、両端にフランジを有する配管を介することもできる。このとき、配管には試料室20と同様に冷却機構を設けることもでき、又は、配管に小窓を設けることもできる。特に、配管に小窓を設けることで、昇華性ドーパント23の投入が確実に行われていることを容易に確認することができる。

[0049] [遮蔽機構]

遮蔽機構24は、引上炉2と試料室20とを熱的に遮断するものであり、引上炉2と試料室20の間に設けられる。遮蔽機構24を設けることで、引上炉2内の輻射熱及び雰囲気ガスが遮蔽機構24で熱的に遮断されるため、所望のタイミングで所望量の昇華性ドーパント23を気化することができる。例えば、結晶成長中に遮蔽機構24を開放して試料室20から昇華性ドーパント23を投入することも可能になる。

[0050] 遮蔽機構24としては、スライドゲートバルブを好ましく用いることができる。スライドゲートバルブを用いることにより、遮蔽機構24のストローク方向のスペースが小さくなるため、試料室20から昇華性ドーパント23を移送する距離をより短くすることができる。このとき、遮蔽機構24にも冷却機構を用いることがより好ましい。冷却機構を用いることで、引上炉2からの熱によって遮蔽機構24が劣化しないため、引上炉2と試料室20との間を確実に熱的に遮断することができる。

[0051] 遮蔽機構24を閉じている間は、引上炉2内の輻射熱が試料室20内の昇華性ドーパント23に及ばず、昇華性ドーパント23が気化しない。そのため、シリコン単結晶6の成長を開始して最初に遮蔽機構24を開くまでの間は、成長するシリコン単結晶6を

昇華性ドーパント23が含まれない無添加の状態にすることができる。

[0052] その後、シリコン単結晶6に昇華性ドーパント23をドーブし始めるタイミング、すなわちシリコン単結晶6の肩部から直胴部の前半部まで成長したタイミングで遮蔽機構24を開放する。ここで、遮蔽機構24を開放する際には、昇華性ドーパント23を試料室20の所定の位置に収納して試料室20の扉を閉めた後、試料室20側の真空ポンプを作動させて引上炉2の内部と試料室20の内部とを調圧してから開放するようにする。シリコン単結晶6の肩部から直胴部の前半部まで成長したタイミングで遮蔽機構24を開放し、N型用の昇華性ドーパント23を高濃度にドーブさせることにより、肩部から直胴部の前半部までは、昇華性ドーパント23が無添加の状態となっており、直胴部の前半部以降テール部までは、昇華性ドーパント23が高濃度に添加された状態となっていて低抵抗率のN++型の電気的特性が得られるシリコン単結晶6を製造することができる。

[0053] シリコン単結晶6に昇華性ドーパント23を高濃度に添加して低抵抗率のN++型のシリコン単結晶6を引上げ成長させるときには、結晶の崩れが生じやすい。しかしながら、本実施形態によれば、遮蔽機構24を用いることでシリコン単結晶6にN型の電気的特性を与える昇華性ドーパント23を投入するタイミングが正確に制御される。このため、たとえシリコン単結晶6の直胴部の前半部までの成長に時間がかかったとしても、結晶の崩れを低減することができる。

[0054] この遮蔽機構24は、シリコン単結晶6の成長が終わったタイミングに加え、結晶成長中であっても昇華性ドーパント23を全て投入し終えたタイミングでも閉じることができる。遮蔽機構24を閉じた後は、試料室20内にアルゴンガス7を導入して試料室20の内部の圧力を大気圧に戻した後、試料室20の扉を開放して昇華性ドーパント23を繰り返し投入することができる。

[0055] [供給手段]

供給手段は、遮蔽機構24による引上炉2と試料室20との間における熱的な遮断を解除した後に、昇華性ドーパント23を融液5に供給する手段である。この供給手段としては、例えば以下のような移送手段25と供給管22とを有するものが挙げられる。

[0056] <移送手段>

移送手段25は、ドープ管21を後述する供給管22に接続するように移送するものであり、例えばワイヤー昇降ユニット25a、並びに昇降レール25b及び25cから構成される。

[0057] ワイヤー昇降ユニット25aは、ドープ管21をワイヤーにより昇降させる機構であり、モータにより巻取りドラムを駆動して、ワイヤーを介してドープ管21の高さ位置を調節する。このとき、ワイヤー昇降ユニット25aにおけるモータの駆動は、ドープ管21の高さ位置や遮蔽機構24の開閉状態によって制御されることが好ましい。

[0058] また、昇降レール25b及び25cは、試料室20の内部と供給管22との間に設けられ、ドープ管21が昇降する位置を規定するものである。昇降レール25b及び25cを設けることで、ドープ管21をより確実に供給管22に接続し、昇華性ドーパント23をより確実に供給管22に送ることができる。ここで、昇降レール25b及び25cは、黒鉛材からなることが好ましい。黒鉛材から形成することにより、高い耐熱性を持たせるとともに、昇降レール25b及び25cの形状に対する制約をより小さくすることができる。

[0059] これらの移送手段25は、図1に示すように、シリコン単結晶6及び引上げ機構4と干渉せず、融液5に浸漬しない位置に配置する。引上げ機構4と干渉しない位置に配置することにより、シリコン単結晶6を引き上げながら昇華性ドーパント23を投入することができる。

[0060] ここで、昇華性ドーパント23が収納されているドープ管21は、遮蔽機構24が開いたときに、ワイヤー昇降ユニット25aの駆動によって、昇降レール25b及び25cを伝って降りていく。そして、ドープ管21の先端と供給管22とが接続される。

[0061] <供給管>

供給管22は、移送手段25により移送したドープ管21と接続し、融液5等からの輻射熱が与えられることによって気化した昇華性ドーパント23を融液5に導くものである。

[0062] 供給管22は、図1に示すように、シリコン単結晶6及び引上げ機構4と干渉せず、融液5に浸漬しない位置に配置する。引上げ機構4と干渉しない位置に配置することにより、シリコン単結晶6を引き上げながら、気化した昇華性ドーパント23を融液5に導くことが可能になり、結晶引上げ中のドーピングを極めて精度よく行うことができる。また

、供給管22を融液5に浸漬しない位置に配置し、気化した昇華性ドーパント23を供給管22から融液5に吹き付けることで、供給管22や昇華性ドーパント23等を融液5に浸漬することで起こる融液5の液振、融液5の液温の低下、及び融液5の対流の変化が軽減される。育成中の単結晶の結晶化率を安定化させることにより、成長したシリコン単結晶6の結晶状態への悪影響を少なくすることができる。このとき、供給管22は、融液5に昇華性ドーパント23を吹きつけるときに融液5内への昇華性ドーパント23の投入効率が最大となるような位置に配置されることが好ましい。

[0063] 供給管22の材質は、メルト等の輻射熱による高温に耐える材質を用いることができ、具体的には石英を用いることができる。

[0064] なお、本実施形態では、吹き付け法により昇華性ドーパント23を融液5に供給するようにしているが、供給管22を融液5に浸漬する浸漬法を用いて昇華性ドーパント23を融液5に供給してもよい。

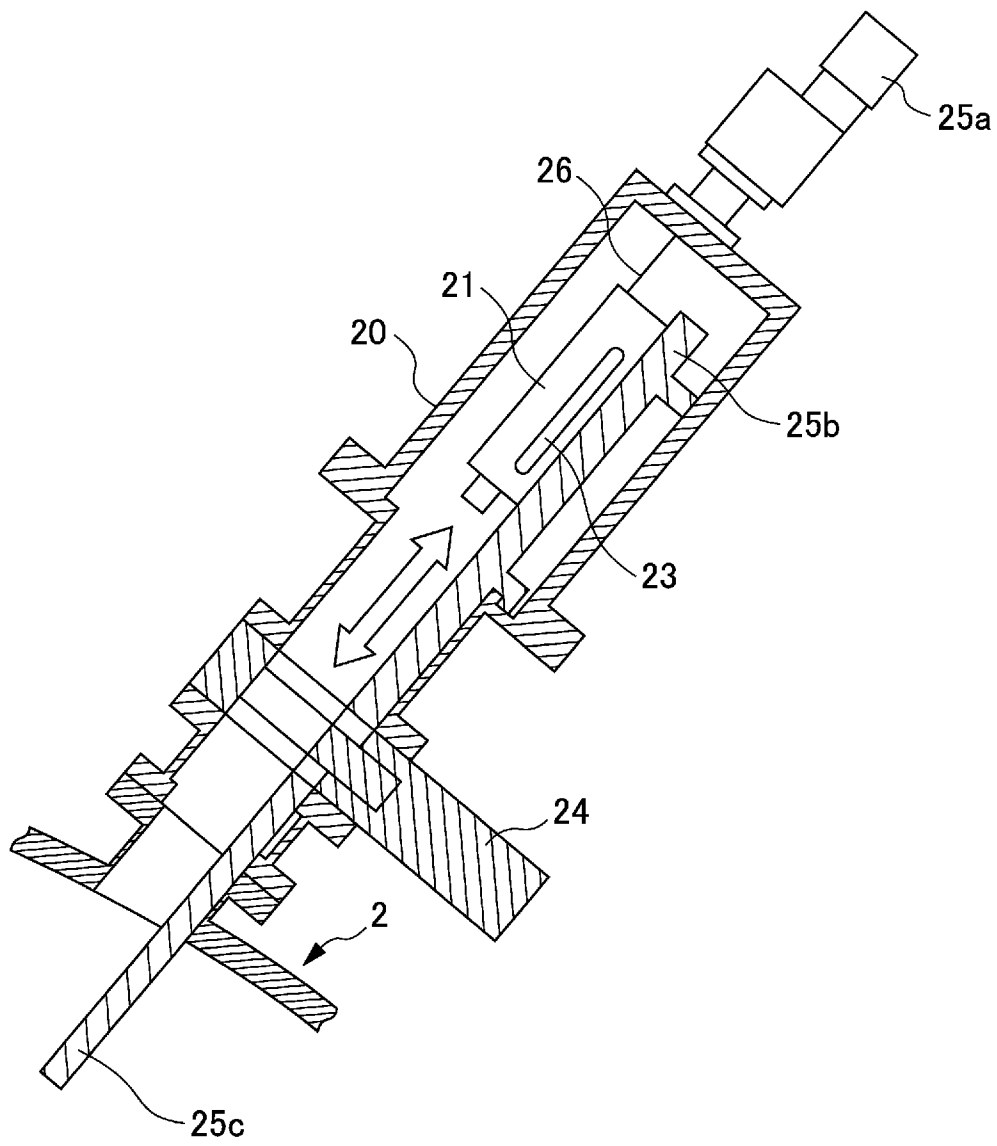
[0065] [その他]

本実施形態のシリコン単結晶引上装置では、必要に応じ、キャリアガス導入管(図示せず)を用いることもできる。キャリアガス導入管は、ドープ管21に連通するものであり、図示しないガス供給源から供給されるドーパント輸送用のキャリアガスをドープ管21に導入するものである。キャリアガスを導入することにより、気化した昇華性ドーパント23をドープ管21内に滞留させることなく、効率よく供給管22を経て融液5に導くことができる。キャリアガス導入管は、例えば石英から構成される。また、キャリアガスとしては、アルゴンガス等の不活性ガスが用いられる。

請求の範囲

- [1] チョクラスキー法によりシリコン単結晶を融液から引上げるシリコン単結晶引上装置であって、
引上炉と、前記引上炉に外付けされており昇華性ドーパントを収容する試料室と、前記引上炉と前記試料室とを熱的に遮断する遮蔽機構と、前記遮蔽機構の遮断を解除した後に前記昇華性ドーパントを融液に供給する供給手段と、を含むことを特徴とするシリコン単結晶引上装置。
- [2] 前記供給手段は、融液に浸漬しない位置に配置されており、気化した前記昇華性ドーパントを融液に吹き付けるものであることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶引上装置。
- [3] ドープされたシリコン単結晶をチョコラルスキー法により成長させるシリコン単結晶の製造方法であって、
引上炉と前記引上炉に外付けされた試料室とを遮蔽機構により熱的に遮断した後、前記試料室に昇華性ドーパントを収納して前記試料室を密閉し、続いて、前記遮蔽機構を開放して融液に前記昇華性ドーパントを供給することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
- [4] 前記遮蔽機構を開放する前に前記シリコン単結晶の直胴部の前半部までを成長させ、
前記遮蔽機構を開放した後に前記シリコン単結晶の直胴部の前半部から後を成長させることを特徴とする請求項3記載のシリコン単結晶の製造方法。
- [5] 前記昇華性ドーパントが砒素、赤リン及びアンチモンからなる群のうち少なくとも一種であることを特徴とする請求項3又は4記載のシリコン単結晶の製造方法。
- [6] 前記昇華性ドーパントを高濃度に添加することを特徴とする請求項5記載のシリコン単結晶の製造方法。
- [7] 請求項3から6のいずれか記載のシリコン単結晶の製造方法により製造されたシリコン単結晶インゴット。

[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2009/054152

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C30B29/06 (2006.01) i, C30B15/04 (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)
C30B29/06, C30B15/04

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2009
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2009	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2009

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 A	JP 09-227275 A (Sumitomo Sitix Corp.), 02 September, 1997 (02.09.97), Par. Nos. [0013], [0022], [0039], [0043]; Fig. 1 (Family: none)	1, 3-7 2
A	JP 2005-336020 A (SUMCO Corp.), 08 December, 2005 (08.12.05), Full text (Family: none)	1-7
A	JP 2003-532611 A (MEMC Electronic Materials, Inc.), 05 November, 2003 (05.11.03), Full text & EP 1282733 A	1-7

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

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 01 June, 2009 (01.06.09)	Date of mailing of the international search report 09 June, 2009 (09.06.09)
---	--

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/054152

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 59-088394 A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 22 May, 1984 (22.05.84), Full text (Family: none)	1-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/054152

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

Matter common to the inventions of claims 1 to 7 is that a silicon single crystal pull-up apparatus by a Czochralski method comprises a shielding mechanism, which thermally shields a pull-up furnace and a sample chamber, and supply means which, after the release of shielding of the shielding mechanism, supplies a sublimable dopant into a melt. The common matter, however, is disclosed in JP 09-227275 A (Sumitomo Sitix Corp.) 1997. 09. 02, [0013], [0022], [0039], and [0043], and [Fig. 1], and thus is not novel.

Consequently, the common matter remains in the bounds of prior art and is therefore not a special technical feature within the meaning of PCT Rule 13.2, (continued to extra sheet)

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest
the

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/054152

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet (2)

second sentence.

Accordingly, there is no matter common to all the inventions of claims 1 to 7. No other common matter considered as a special technical feature within the meaning of PCT Rule 13.2, second sentence exists. Thus, there is no technical relationship among the different inventions within the meaning of PCT Rule 13.

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, C30B15/04(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, C30B15/04

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	1971-2009年
日本国実用新案登録公報	1996-2009年
日本国登録実用新案公報	1994-2009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 A	JP 09-227275 A (住友シチックス株式会社) 1997. 09. 02, 【0013】、 【0022】、【0039】、【0043】、図1 (ファミリーなし)	1, 3-7 2
A	JP 2005-336020 A (株式会社SUMCO) 2005. 12. 08, 全文 (ファミリーなし)	1-7
A	JP 2003-532611 A (エムイーエムシー・エレクトロニック・マテリア ルズ・インコーポレイテッド) 2003. 11. 05, 全文 & EP 1282733 A	1-7

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、一般的な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

01.06.2009

国際調査報告の発送日

09.06.2009

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 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)

中村 善子

4G

4141

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	JP 59-088394 A (工業技術院長) 1984.05.22, 全文 (ファミリーなし)	1-7

第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第1ページの2の続き）

法第8条第3項（PCT17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見（第1ページの3の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

請求項1-7に係る発明の共通の事項は、チョクルスキー法によるシリコン単結晶引上装置において、引上炉と試料室とを熱的に遮断する遮蔽機構を設け、遮蔽機構の遮断を解除した後に、昇華性ドパントを融液に供給する供給手段を有することである。しかしながら、上記共通事項は、JP 09-227275 A（住友シチックス株式会社）1997.09.02, 【0013】、【0022】、【0039】、【0043】、図1に開示されているから、新規でないことが明らかとなった。

結果として、上記共通事項は先行技術の域を出ないから、PCT規則13.2の第2文の意味において、この共通事項は特別の技術的特徴ではない。

それ故、請求項1-7に係る発明全てに共通の事項はなく、PCT規則13.2の第2文の意味において特別な技術的特徴と考えられる他の共通の事項は存在しないので、それらの相違する発明の間にPCT規則13の意味における技術的な関連を見いだすことはできない。

1. 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。