



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105683424 B

(45)授权公告日 2018.12.28

(21)申请号 201480059891.6

(22)申请日 2014.10.31

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105683424 A

(43)申请公布日 2016.06.15

(30)优先权数据
2013-229088 2013.11.05 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.04.29

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2014/005528 2014.10.31

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/068370 JA 2015.05.14

(73)专利权人 胜高股份有限公司
地址 日本东京都

(72)发明人 田边一美 横山隆 金大基

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 童春媛 刘力

(51)Int.Cl.
C30B 29/06(2006.01)

(56)对比文件
KR 10-0558156 B1, 2006.02.28,
US 4330362, 1982.05.18,
US 5476065 A, 1995.12.19,
JP 2000-203985 A, 2000.07.25,
US 5730799 A, 1998.05.24,
JP 特开平10-167881 A, 1998.06.23,
JP 2000-203985 A, 2000.07.25,
US 2002/0157600 A1, 2002.10.31,

审查员 刘燕

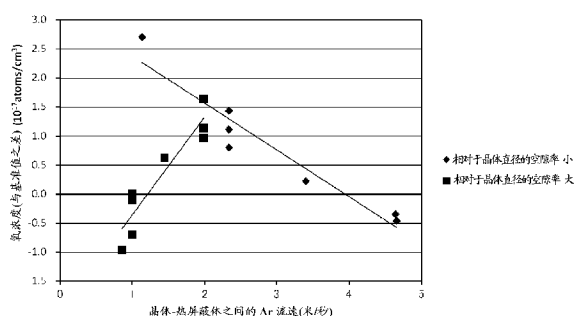
权利要求书1页 说明书8页 附图3页

(54)发明名称

单晶硅制造方法

(57)摘要

一种单晶硅制造方法,其中,在使用具备热屏蔽体的提拉装置、通过直拉法制造单晶硅时,根据相对于晶体直径的空隙率(单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的面积/单晶的截面积),调节导入到装置内的惰性气体在所述空隙部的流速,从而控制晶体的氧浓度。通过该制造方法,可以适宜地控制提拉单晶的氧浓度。



1. 单晶硅制造方法,该单晶硅制造方法是使用在提拉中的单晶硅周围与提拉轴同轴地配置有热屏蔽体的单晶提拉装置,通过直拉法制造单晶硅的方法,其特征在于:

在单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的面积除以单晶的与提拉轴垂直的截面的面积所得的相对于晶体直径的空隙率变化的情况下,根据所述相对于晶体直径的空隙率通过调节导入到单晶提拉装置内的惰性气体在所述空隙部的流速来控制晶体中的氧浓度,其中,

所述相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时,单晶与热屏蔽体之间的所述空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度具有负相关;

所述相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92时,所述空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度具有正相关,

从而通过所述惰性气体的流速调节进行晶体中氧浓度的控制。

2. 权利要求1所述的单晶硅制造方法,其特征在于:在进行所述单晶的提拉时,基于根据所述相对于晶体直径的空隙率预先求出的所述空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度的关系,在提拉的各阶段调节惰性气体在所述空隙部的流速,由此控制晶体中的氧浓度。

3. 权利要求1所述的单晶硅制造方法,其特征在于:根据晶体的直径变动来调节导入到单晶提拉装置内的惰性气体的流速,由此控制晶体中的氧浓度。

4. 权利要求2所述的单晶硅制造方法,其特征在于:根据晶体的直径变动来调节导入到单晶提拉装置内的惰性气体的流速,由此控制晶体中的氧浓度。

5. 权利要求1-4中任一项所述的单晶硅制造方法,其特征在于:所述制造的单晶硅具有可切出直径300mm以上的硅晶片的直径。

单晶硅制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及通过直拉法 (Czochralski method) 制造单晶硅的方法,更具体地说,涉及可适当控制晶体中所含的氧浓度的单晶硅制造方法。

背景技术

[0002] 作为半导体材料使用的单晶硅的制造方法广泛采用直拉法 (CZ法)。直拉法是将籽晶浸渍在石英坩埚内的熔融的硅内,通过提拉使单晶在籽晶的下端生长的方法。

[0003] 通过该方法培养单晶硅时,石英坩埚所含的氧溶入熔融硅中,其中一部分被摄取到单晶中。在使用由单晶硅切出的晶片来制造装置时的热处理过程中,这样的氧导致发生析出物、位错环、堆垛层错。这些缺陷对单晶的品质造成各种影响,因此适宜地控制被摄取到单晶中的氧的浓度,这在制造高品质单晶硅方面是不可缺少的。

[0004] 在单晶硅的培养中,如上所述,被摄取到单晶中的氧对于单晶的品质造成各种影响,因此必须恰当地控制单晶的氧浓度。关于该单晶硅中的氧浓度,会特别成问题的是单晶生长轴方向的氧浓度的不均。氧浓度受各种因素影响,这些因素产生的影响随着晶体的提拉的进展而发生变化。因此,在无法确保单晶生长轴方向氧浓度的均匀性而制造所要求的氧浓度规格的上限值和下限值的范围狭窄的单晶硅时,成品率会降低。

[0005] 为了确保该单晶硅在生长轴方向的氧浓度的均匀性,例如专利文献1中公开了一种单晶的提拉方法,其中,对应于加热器的发热分布特性以及单晶的提拉长度来使石英坩埚的底面位置(熔融液面位置)升降,同时控制导入到装置内的惰性气体的流速。根据该单晶提拉方法,可以获得具有所需氧浓度且轴向氧分布均匀的单晶硅。

[0006] 现有技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献1:日本特开平10-167881号公报。

发明内容

[0009] 发明所要解决的课题

[0010] 专利文献1记载的单晶硅的提拉方法采用以包围被提拉的单晶的周围的方式安装有倒圆锥台形状的整流筒的装置。但是,尽管在控制惰性气体流速时,除了导入到装置内的惰性气体的流量之外,提拉单晶的外表面与整流筒的下端开口边缘部之间的空隙部(即,惰性气体通过的部分)的截面积也是重要的因素,但在引用文献1中,关于该空隙部截面积及其对氧浓度的影响没有任何记载。

[0011] 本发明鉴于上述状况而成,其目的在于提供可对单晶中所含的氧浓度在生长轴方向适宜控制的单晶硅制造方法。

[0012] 解决课题的方案

[0013] 已明确:如果改变单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部(惰性气体通过的部分)的面积除以单晶的与提拉轴垂直的截面的面积所得的值、即相对于晶

体直径的空隙率,则晶体生长轴方向的氧浓度显示与之前不同的行为。这据认为是提拉的单晶与热屏蔽体的下端开口边缘部之间通过的惰性气体的流速与单晶硅的氧浓度的关系发生了变化所导致的。因此对于惰性气体的流速对单晶硅的氧浓度的影响进行了调查。其结果发现:取决于相对于晶体直径的空隙率,惰性气体流速对单晶的氧浓度产生的影响不同。

[0014] 即,以往认为:若惰性气体流速增大,则促进溶入硅熔融液的氧的 SiO 形式的挥发,氧的带走量增加,因此熔融液自由表面附近的氧浓度降低,结果单晶硅的氧浓度降低(即,在惰性气体流速和氧浓度之间存在负相关)。但是调查的结果发现:取决于所述提拉单晶与热屏蔽体之间的空隙部的面积相对于单晶截面积的比率,有惰性气体流速的增大的同时单晶硅的氧浓度提高(即,惰性气体流速与氧浓度之间可见正相关)的情况。

[0015] 本发明基于上述研究结果而成,以下述单晶硅制造方法为要旨。

[0016] 即,一种单晶硅制造方法,该方法是使用在提拉中的单晶硅周围与提拉轴同轴地配置有热屏蔽体的单晶提拉装置,通过直拉法制造单晶硅的方法,其特征在于:根据单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的面积除以单晶的与提拉轴垂直的截面的面积所得的相对于晶体直径的空隙率,通过调节导入到单晶提拉装置内的惰性气体在所述空隙部的流速,来控制晶体中的氧浓度。

[0017] “相对于晶体直径的空隙率”如上所述,是将单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的面积除以单晶的与提拉轴垂直的截面的面积所得的值。这里,“热屏蔽体的下端开口边缘部”是指热屏蔽体的开口部中最接近中心轴侧的部分,例如在后述说明的图2(a)中,是指热屏蔽体的下端部12b的前端(标有符号A的部分)。若以具体的数值示例出相对于晶体直径的空隙率,则提拉单晶的直径为310mm且热屏蔽体的开口直径为355mm时,单晶的截面积为 754.8cm^2 ,热屏蔽体开口部的面积为 989.8cm^2 ,因此单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的面积为 $(989.8-754.8)\text{cm}^2$,

[0018] 相对于晶体直径的空隙率 $= (989.8-754.8) / 754.8 = 0.31$ 。

[0019] 本发明的单晶硅制造方法中,所述相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时,在单晶与热屏蔽体之间的所述空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度具有负相关,所述相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92时,所述空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度具有正相关,从而可通过所述惰性气体的流速调节进行晶体中氧浓度的控制。

[0020] 例如为了降低培养中的晶体中的氧浓度,在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时,使单晶与热屏蔽体之间的空隙部的惰性气体流速增大,在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92时,使单晶与热屏蔽体之间的空隙部的惰性气体流速减少,由此可适宜地控制晶体中的氧浓度。

[0021] 另外,根据与直径的变动相伴随的、相对于晶体直径的空隙率的变化来改变惰性气体流速,由此可以适宜地控制晶体中的氧浓度。这在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时特别有效。

[0022] 在本发明的单晶硅制造方法中,在进行单晶提拉时,如果基于根据相对于晶体直径的空隙率预先求出的所述空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度的关系,在提拉的各阶段调节惰性气体在所述空隙部的流速,则不管提拉装置的种类等如何均可适宜地控制晶体中的氧浓度,确保单晶在生长轴方向上的氧浓度的均匀性。

[0023] 根据本发明的单晶硅制造方法,可以容易地培养在晶体生长轴方向上氧浓度均匀的单晶。

[0024] 通过本发明的单晶硅制造方法培养的单晶硅可以具有可切出直径300mm以上的大口径硅晶片的直径。

[0025] 发明效果

[0026] 根据本发明的单晶硅制造方法,可适宜地控制被提拉的单晶硅中所含的氧浓度,可确保单晶在生长轴方向的氧浓度的均匀性。还可充分适用于可切出直径300mm以上的大口径硅晶片的单晶硅的制造。

附图说明

[0027] [图1]图1是示意性表示适合本发明的单晶硅制造方法的实施的提拉装置的主要部分的概略构成例的图。

[0028] [图2]图2是用于说明在改变相对于晶体直径的空隙率时,对于单晶提拉装置内各部分的惰性气体流速利用数值模拟的研究结果的图,(a)是相对于晶体直径的空隙率为0.86的情况,(b)是相对于晶体直径的空隙率为0.37的情况。

[0029] [图3]图3是表示相对于晶体直径的空隙率小时和大时的晶体-热屏蔽体之间的惰性气体(Ar)流速与提拉单晶的氧浓度的关系的图。

[0030] [图4]图4是表示相对于晶体直径的空隙率与提拉单晶的氧浓度的关系的图。

具体实施方式

[0031] 本发明的单晶硅制造方法如上所述,是以使用在提拉中的单晶硅的周围配置有热屏蔽体的单晶提拉装置为前提的方法,其特征在于:根据相对于晶体直径的空隙率,调节惰性气体流速(单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的惰性气体流速),由此控制晶体中的氧浓度。

[0032] 对于通过根据相对于晶体直径的空隙率调节惰性气体流速来控制晶体中的氧浓度,参照附图进行说明。

[0033] 图1是示意性表示适合本发明的单晶硅制造方法的实施的提拉装置的主要部分的概略构成例的图。如图所示,提拉装置具有:室1、贯通室1的底部中央并垂直朝上设置的可升降和旋转的支撑轴2、固定于支撑轴2的上端部的基座3以及容纳于其内侧的石英坩埚4、设于基座3周围的加热器5和隔热材料6,在石英坩埚4的中心轴上设有保持籽晶的籽晶夹7和用于将籽晶夹7悬吊、提拉的提拉线8。

[0034] 并且,与提拉轴同轴地配置强制冷却体11,使其围绕在培养中的单晶硅9的周围,并与提拉轴同轴地配置热屏蔽体12,使其与该强制冷却体11的外周面和下端面相对。在该例子中,还在隔热材料6的外侧设有磁场施加装置13。

[0035] 在室1的上部设有用于将作为惰性气体的Ar气体导入到室1内的气体导入口14。气体导入口14的附近设有质量流量计(未图示)。利用质量流量计,可以以单位时间的标准状态(0℃、1个大气压)下的体积的形式,测定导入到该提拉装置的室1内的Ar气体的流量(体积速度)。室1的底部设有用于排出Ar气体的气体排出口15。

[0036] 使用这样构成的提拉装置实施本发明的单晶硅制造方法时,首先向石英坩埚4内

加入硅原料,在Ar气体气氛中加热,形成硅熔融液10。接着将保持在籽晶夹7上的籽晶浸渍在硅熔融液10中,一边将籽晶和石英坩埚4适当旋转一边将籽晶缓缓提拉,使单晶生长。

[0037] 图2是用于说明在改变相对于晶体直径的空隙率时,对于单晶提拉装置内各部分的惰性气体流速利用数值模拟的研究结果的图,(a)为相对于晶体直径的空隙率为0.86的情况,(b)是相对于晶体直径的空隙率为0.37的情况。对于除此之外的各条件,(a)、(b)之间没有差异。图2中为了方便,给出沿着单晶提拉轴的纵剖面的右侧一半。

[0038] 如图2所示,从石英坩埚4内的硅熔融液10中提拉的单晶硅9的周围配置有强制冷却体11,还配有热屏蔽体12,使其围绕该强制冷却体11。

[0039] 导入到装置内的惰性气体(Ar)如图中空心箭头所示,在通过单晶硅9和强制冷却体11之间后,通过单晶硅9的外表面与热屏蔽体12的下端开口边缘部(热屏蔽体12的下端部的前端(标有符号A的部分))之间的空隙部,并通过热屏蔽体12的下端面与硅熔融液10之间,沿着石英坩埚4的内表面向上流动,排出到坩埚4外,然后沿着坩埚4的外表面,降至加热器5的内侧(一部分为外侧),由气体排出口15(参照图1)排出。

[0040] 图2中,硅熔融液10表面的空心箭头内所标记的“SiO”表示自石英坩埚4溶入到硅熔融液10中的氧的一部分以SiO的形式挥发,由惰性气体流带走。另外,硅熔融液10中所示的箭头表示熔融液的流动方向。实线表示强的流动,虚线表示弱的流动。

[0041] 若将图2(a)和图2(b)进行对比,则在图2(a)中,单晶硅9的外表面与热屏蔽体12的下端开口边缘部(标有符号A的面)之间的空隙部与图2(b)相比较宽,因此该空隙部的Ar气体流速比较小,通过空隙部的Ar气体中大部分如空心箭头g1所示,通过热屏蔽体12的下端面与硅熔融液10表面之间(稍微偏向熔融液表面)。Ar气体并未到达晶体生长弯液面附近的硅熔融液10表面。与此相对,在图2(b)中,上述空隙部狭窄,Ar气体流速较大,因此通过空隙部的Ar气体的大部分如空心箭头g2所示,到达晶体生长弯液面附近的硅熔融液10表面临近处,然后通过硅熔融液10表面的附近。因此,在图2(b)中,认为以SiO的形式带走的氧量比图2(a)多。

[0042] 并且在硅熔融液的流动中也可见差异,与图2(a)相比,图2(b)中,硅熔融液的夹卷对流(巻き込み对流,硅熔融液中标有箭头a的对流)变弱。产生该夹卷对流的硅熔融液的自由表面附近,氧以SiO的形式被带走,因此原本就是硅熔融液中氧浓度最低的部分,并且形成夹卷对流的熔融液位于单晶生长弯液面的正下方,容易被摄取到单晶中,因此推测,取决于夹卷对流的强弱,单晶硅中的氧浓度产生差异。

[0043] 上述惰性气体流的流速分布的不同是由于热屏蔽体的开口直径的不同(换言之,是惰性气体流路的宽度的不同)。因此相对于单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的气体流路,导入上述相对于晶体直径的空隙率作为指标,对于图2(a)的情况(相对于晶体直径的空隙率=0.86)和图2(b)的情况(相对于晶体直径的空隙率=0.37),使提拉单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空间部(气体流路)、以及热屏蔽体12的下端面与硅熔融液表面之间的空间部(气体流路)中的惰性气体(Ar)流速改变而进行单晶的提拉,测定摄取到单晶中的氧浓度。

[0044] 如后述实施例所示,其结果表明:相对于晶体直径的空隙率=0.37时(图2(b)),随着惰性气体流速的增大,单晶硅的氧浓度减少,具有这样的负相关,相对于晶体直径的空隙率=0.86时(图2(a)),随着惰性气体流速的增大,单晶硅的氧浓度也增大,具有正相关。

[0045] 进而,改变条件进行的利用数值模拟的研究的结果确认,由惰性气体流的流速分布状态判断,惰性气体流速与单晶硅的氧浓度之间,在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45的范围具有负相关,在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92的范围内,惰性气体流速与单晶硅的氧浓度之间具有正相关。相对于晶体直径的空隙率比0.45大但低于0.72的范围内,惰性气体流速与单晶硅的氧浓度之间无法确认明确的相关关系。

[0046] 这里,据认为相对于晶体直径的空隙率低于0.27时也具有上述负相关,但是这种情况下,与晶体之间的空隙过于狭窄,晶体与热屏蔽体在提拉中可能接触,并且也发生控制测量的问题。而且,据认为相对于晶体直径的空隙率超过0.92时也具有上述正相关,但是认为这种情况下无法加大熔融液自由表面的温度梯度,用于培养无缺陷的(少缺陷的)单晶硅的提拉速度的控制性变差。不过,适宜的相对于晶体直径的空隙率的下限值、上限值具有因提拉装置整体的平衡而增大、根据装置而变化的可能性。

[0047] 作为单晶硅的氧浓度降低的模型,据认为有以下两种(模型1和模型2)。

[0048] 模型1:提高惰性气体流速,增加由于SiO的挥发而带走的氧量,使硅熔融液自由表面附近的氧浓度降低。其结果,摄取到单晶硅的氧量减少。

[0049] 模型2:将原本硅熔融液中氧浓度最低的硅熔融液自由表面附近的熔融液摄取到单晶内。据推测,这种情况下,如果提高惰性气体流速,则单晶生长弯液面正下方的夹卷对流受到阻碍,氧浓度升高,相反如果惰性气体流速降低,则夹卷对流得到促进,氧浓度降低。

[0050] 相对于晶体直径的空隙率小(0.27-0.45)时,可以通过模型1使单晶硅的氧浓度降低(相对于晶体直径的空隙率=0.37的图2(b)符合此情况)。即,如果提高惰性气体流速,则通过挥发带走的氧量增加,硅熔融液自由表面附近的氧浓度降低。

[0051] 另一方面,据认为,相对于晶体直径的空隙率大(0.72-0.92)时,通过模型2降低单晶硅的氧浓度(相对于晶体直径的空隙率=0.86的图2(a)符合此情况)。即,如果提高惰性气体流速,则夹卷对流受到抑制,而且,与相对于晶体直径的空隙率小的情形相比,由于惰性气体流速低,难以通过模型1发挥作用(通过惰性气体流带走SiO),因此单晶硅的氧浓度增大,但如果降低惰性气体流速,则促进夹卷对流,因此氧浓度降低。

[0052] 如上所述,取决于相对于晶体直径的空隙率如何,在单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的惰性气体流速与单晶硅的氧浓度之间可见正或负的相关关系。本发明的单晶硅制造方法中,根据相对于晶体直径的空隙率,调节单晶与热屏蔽体之间的空隙部(晶体-热屏蔽体间空隙部)的惰性气体流速,以控制晶体中的氧浓度。

[0053] 如果具体说明,则在进行单晶硅的提拉时,无缺陷晶体的培养所必须的热屏蔽体的开口直径是预先被确定的,因此通过事先求出与该开口直径对应的相对于晶体直径的空隙率,可获得调节惰性气体流速从而控制氧浓度时的指针。即,根据所求出的相对于晶体直径的空隙率的值,在控制氧浓度时可以对于提高或降低惰性气体流速作出恰当且迅速的判断。

[0054] 本发明的单晶硅制造方法中,可采用以下的实施方案:在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时,提高单晶与热屏蔽体之间的空隙部(晶体-热屏蔽体间空隙部)的惰性气体流速,使晶体中的氧浓度降低;在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92时,使所述空隙部的惰性气体流速降低,使晶体中的氧浓度降低。

[0055] 相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时,如上所述,晶体-热屏蔽体间空隙部的

惰性气体流速与晶体中的氧浓度之间具有负相关,因此通过提高惰性气体流速可降低晶体中的氧浓度。而相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92时,惰性气体流速与晶体中的氧浓度之间具有正相关,因此通过降低惰性气体流速可以降低晶体中的氧浓度。

[0056] 在本发明的单晶硅制造方法中,根据与直径的变动相伴随的空隙率的变化来改变惰性气体流速,由此可以适宜地控制晶体中的氧浓度。这在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45时特别有效。

[0057] 在本发明的单晶硅制造方法中,还可采用以下实施方案:在进行单晶的提拉时,基于根据相对于晶体直径的空隙率预先求出的晶体-热屏蔽体间空隙部的惰性气体流速与晶体中的氧浓度的关系,在提拉的各阶段调节惰性气体在所述空隙部的流速。

[0058] 在进行单晶的提拉时,氧浓度通常是在顶侧和底侧有升高的倾向。因此根据相对于晶体直径的空隙率(即,针对各个相对于晶体直径的空隙率),预先求出晶体-热屏蔽体间空隙部的惰性气体流速与晶体中氧浓度的关系,基于该关系,在提拉的各阶段(即提拉中的任意时点)、特别是在单晶提拉的初期(顶侧)和终期(底侧),调节惰性气体流速。由此可以消除单晶在生长轴方向的氧浓度的不均,确保均匀性,可提高成品率。

[0059] 另外,根据本发明的单晶硅制造方法,可以培养可切出直径300mm以上的大口径硅晶片的单晶硅。

实施例

[0060] (实施例1)

[0061] 基于上述的对于惰性气体流速利用数值模拟的研究结果,对于相对于晶体直径的空隙率小的情况(0.37)和大的情况(0.86),改变提拉单晶的外表面与热屏蔽体的下端开口边缘部之间的空隙部的惰性气体流速(晶体-热屏蔽体之间的Ar流速),进行单晶硅(晶体直径均为约300mm)的提拉试验,测定摄取到单晶中的氧浓度。表1中一并示出提拉试验条件和提拉单晶的氧浓度。

[0062] “Ar流量”是导入到装置内的Ar气体的流量(体积速度),是利用质量流量计、以单位时间内流过的Ar气体的标准状态(0℃,1个大气压)下的体积作为单位(slpm;standard liter per minute,标准升每分钟)测定所得。由“Ar流量”和“装置内气压”求出该气压下的Ar的流量。可以忽略温度对于Ar体积的影响,将该“该气压下的Ar流量”作为装置内Ar的流量。“晶体-热屏蔽体之间的Ar流速”(线速度)是由该“装置内Ar的流量”和晶体与热屏蔽体的下端开口边缘部之间(Ar气体流路)的面积求出的。

[0063] 试验中,分别在0.2-0.4T(2091-4000G)的范围内施加磁场,使提拉单晶以7.5-9.5rpm旋转,使石英坩埚以0.1-2.3rpm旋转。

[0064] 在试验No.8-15中,与试验No.1-7相比,增大热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率,使晶体生长,由此如表1所示,相对于晶体直径的空隙率在试验No.1-7中为0.31-0.37,与此相对,在试验No.8-15中增大到0.86。关于晶体-热屏蔽体之间的Ar流速,通过改变导入到装置内的Ar流量,使试验No.1-7之间以及试验No.8-15之间产生差异。

[0065] [表1]

表 1

试验 No.	晶体中 氧浓度 (10^{18} atoms/cm ³)	相对于晶 体直径的 空隙率	Ar流量 (slpm)	装置内 气压 (Torr)	晶体-热屏蔽体 之间的 Ar 流速 (m/sec)
1	15.7	0.31	150	70	1.14
2	12.65	0.37	300	30	4.64
3	12.54	0.37	301	30	4.66
4	13.22	0.37	220	30	3.39
5	14.11	0.37	151	30	2.34
6	14.43	0.37	151	30	2.34
7	13.8	0.37	151	30	2.34
8	12.63	0.86	210	30	1.44
9	14.64	0.86	301	30	1.98
10	13.97	0.86	301	30	1.98
11	14.14	0.86	301	30	1.98
12	12.9	0.86	151	30	0.99
13	13.01	0.86	151	30	1.00
14	12.3	0.86	151	30	1.00
15	12.04	0.86	151	30	0.85

[0066]

[0067] 图3基于表1所示的试验结果,是表示晶体-热屏蔽体(下端开口边缘部)间空间部的Ar流速与提拉单晶的氧浓度的关系的图。图3中,减小相对于晶体直径的空隙率(0.31-0.37)时,记为“相对于晶体直径的空隙率小”,增大相对于晶体直径的空隙率(0.86)时,记为“相对于晶体直径的空隙率大”。

[0068] 由图3表明,明确了Ar流速和提拉单晶的氧浓度之间,在热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率小的情况下具有负相关,在热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率大的情况下具有正相关。即,为了降低提拉单晶的氧浓度,在相对于晶体直径的空隙率为0.31-0.37时必须增大晶体-热屏蔽体之间的Ar流速,在相对于晶体直径的空隙率为0.86时必须减小晶体-热屏蔽体之间的Ar流速。

[0069] 由上述结果可以确认,根据相对于晶体直径的空隙率,例如调节导入装置内的惰性气体的流量,调节晶体-热屏蔽体之间的惰性气体的流速,由此可以控制晶体中的氧浓度。

[0070] (实施例2)

[0071] 对于热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率小的情况和大的情况,分别使单晶硅的直径不同,由此使相对于晶体直径的空隙率不同,调查相对于晶体直径的空隙率与提拉单晶的氧浓度的关系。导入到装置内的惰性气体(Ar气体)的流量和装置内的压力为恒定。

[0072] 结果示于图4。图4是表示对于热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率大的情况和小情况,相对于晶体直径的空隙率与提拉单晶的氧浓度的关系的图。

[0073] 由图4表明,在热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率小的情况下(图4中记为“相对

于晶体直径的空隙率小”)，随着晶体直径的增大，提拉单晶的氧浓度降低，但在热屏蔽体的相对于晶体直径的空隙率大的情况下(图4中记为“相对于晶体直径的空隙率大”)，随着晶体直径的增大，提拉单晶的氧浓度增高。

[0074] 导入装置内的Ar气体的流量为恒定，因此若用相同的热屏蔽体比较，则相对于晶体直径的空隙率越大，则晶体-热屏蔽体(下端开口边缘部)之间的Ar流速减小。

[0075] 由图4的结果表明，在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92的范围内，与相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45的范围相比，对于相对于晶体直径的空隙率的变动，提拉单晶的氧浓度变动小。换言之，若在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92的范围进行单晶的培养，则与在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45的范围进行单晶的培养的情形相比，关于晶体中的氧浓度，抵挡干扰、特别是直径变动(相对于晶体直径的空隙率的变动)方面增强。

[0076] 在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45的范围内进行单晶的培养时，与在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92的范围内进行单晶培养时相比，关于使晶体中的氧浓度恒定，抵挡干扰、特别是直径变动(相对于晶体直径的空隙率的变动)方面弱，但通过根据直径变动来控制导入到装置内的Ar气体的流量，可以减少干扰的影响，可获得具有均匀氧浓度的单晶。

[0077] 若将图3的结果与图4的结果结合，则可以认为，在相对于晶体直径的空隙率为0.27-0.45的范围内，晶体-热屏蔽体之间的Ar流速越增大，则提拉单晶的氧浓度越降低，在相对于晶体直径的空隙率为0.72-0.92的范围内，晶体-热屏蔽体之间的Ar流速越增大，提拉单晶的氧浓度越升高。

[0078] 产业实用性

[0079] 根据本发明的单晶硅制造方法，可以适宜(容易且稳定)地进行单晶硅中所含的氧浓度的控制。因此本发明可广泛适用于切出硅晶片(半导体装置制造用)的单晶硅的制造中。

[0080] 符号说明

[0081] 1:室、2:支撑轴、3:基座、4:石英坩埚、5:加热器、6:隔热材料、7:籽晶夹、8:提拉线、9、单晶硅、10:硅熔融液、11:强制冷却体、12:热屏蔽体、12b:热屏蔽体的下端部、13:磁场施加装置、14:气体导入口、15:气体排出口。

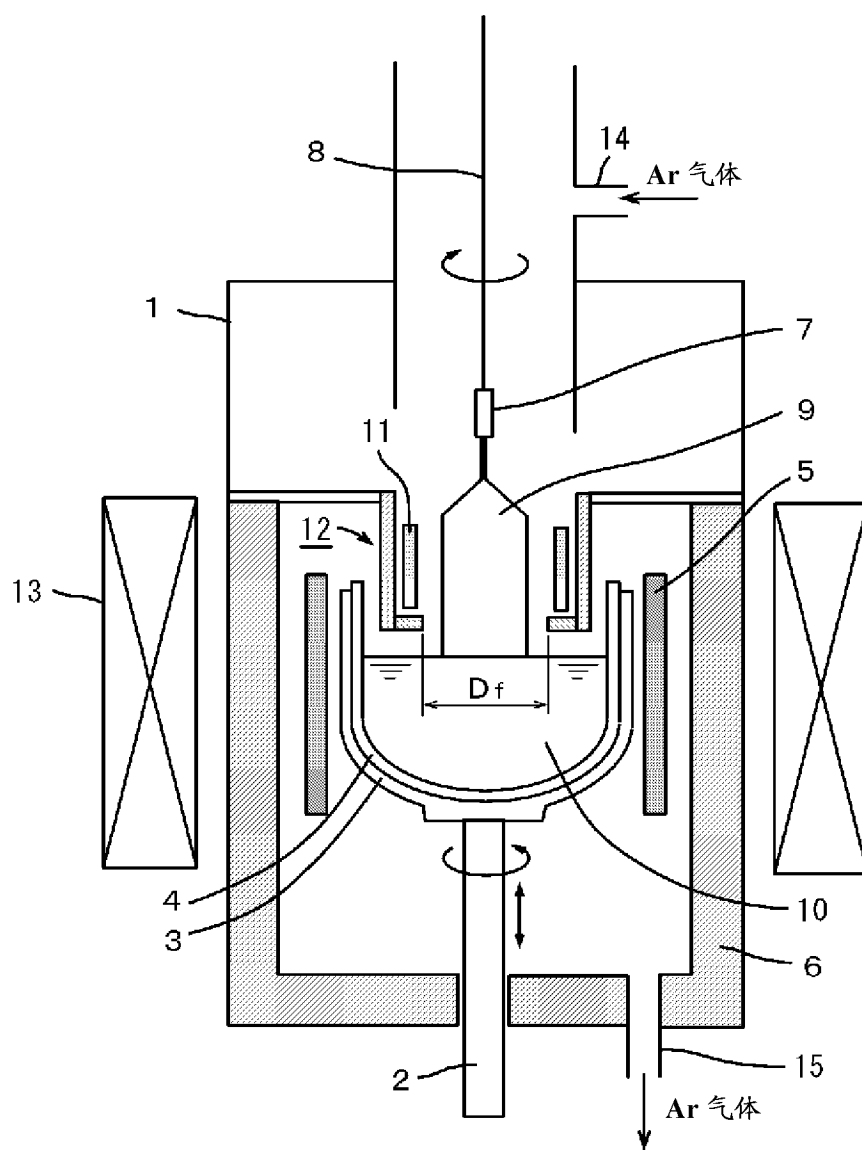


图 1

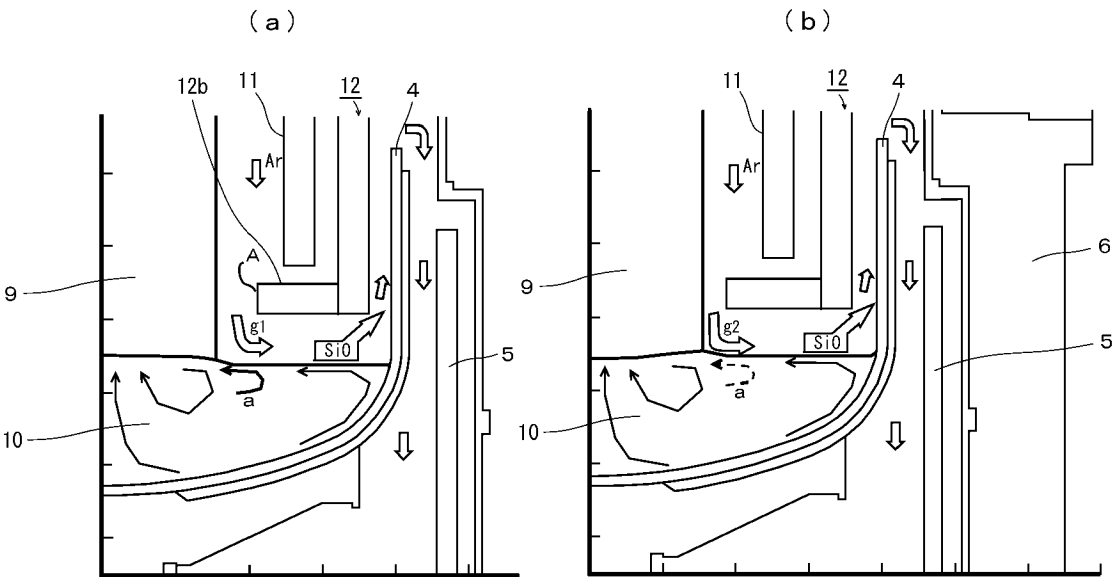


图 2

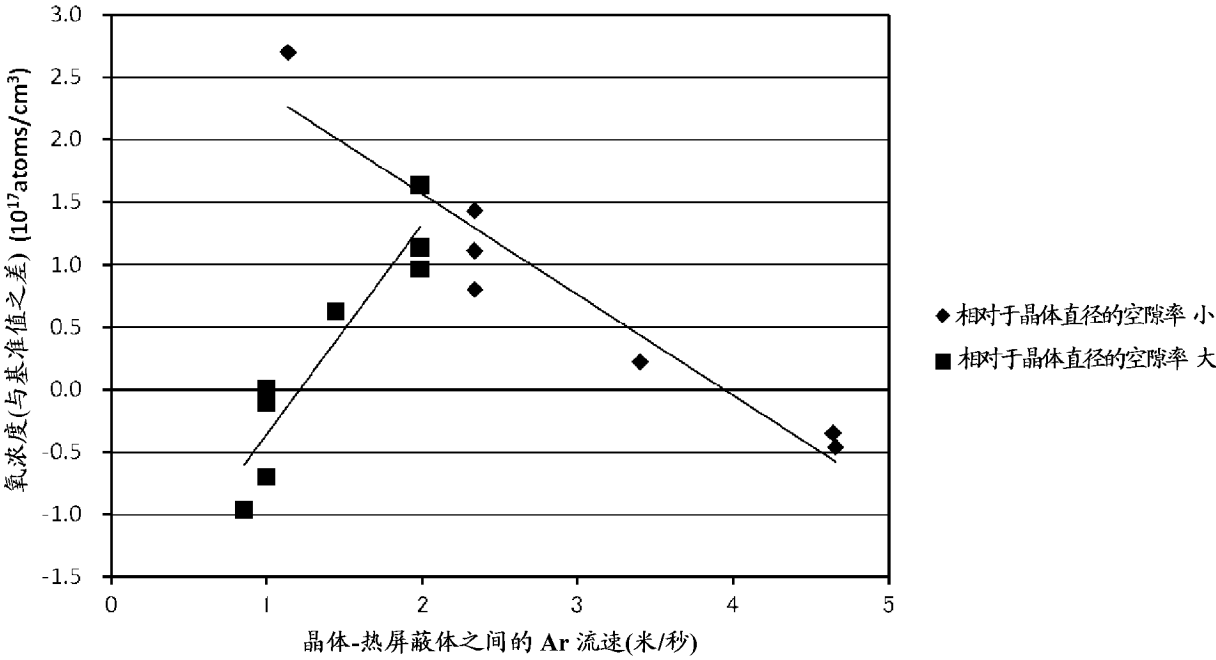


图 3

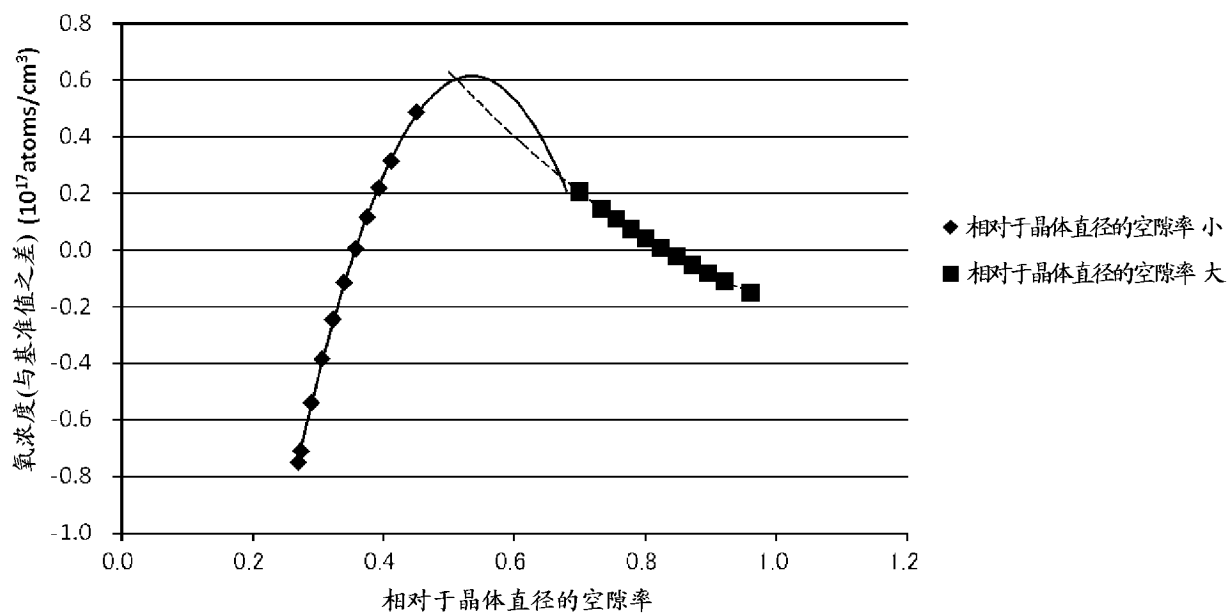


图 4