

(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
2012年9月20日(20.09.2012)



(10) 国際公開番号

WO 2012/124596 A1

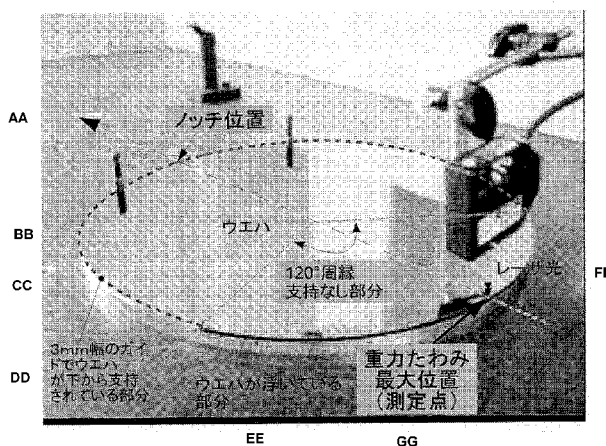
- (51) 国際特許分類:
C01B 33/02 (2006.01) C30B 29/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/055952
- (22) 国際出願日: 2012年3月8日(08.03.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-056503 2011年3月15日(15.03.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): J X 日鉱日石金属株式会社(JX Nippon Mining & Metals Corporation) [JP/JP]; 〒1008164 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 高村 博(TAKAMURA Hiroshi) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 鈴木 了(SUZUKI Ryo) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 小越 勇(OGOSHI Isamu); 〒1050001 東京都港区虎ノ門3丁目1番10号 第2虎ノ門電気ビル5階 小越国際特許事務所 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, CL, 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, JP, 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, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, 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, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロピア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: POLYCRYSTALLINE SILICON WAFER

(54) 発明の名称: 多結晶シリコンウエハ

[図1]



- AA Notch position
- BB Wafer
- CC 120° circumferential portion without support
- DD Wafer portion supported from below by guide having 3 mm width
- EE Floating portion of wafer
- FF Laser beam
- GG Position where gravitational warping is maximum (measuring point)

(57) Abstract: This polycrystalline silicon wafer manufactured by means of a unidirectional solidification/melting method is characterized in having a diameter of 450 mm or more, a thickness of 900 μm or more, and an average crystal grain size of 5-50 mm, and being configured of one piece. Specifically, a large polycrystalline silicon wafer having mechanical properties similar to those of single crystal silicon wafers is provided, said large polycrystalline silicon wafer having a wafer size of 450 mm or more, a large crystal size, a small surface roughness, a high wafer surface cleanliness, less polished surface unevenness with a fixed crystal orientation, and a warping quantity close to warping quantities of single crystal silicon wafers.

(57) 要約: 一方向凝固溶解法により作製した多結晶シリコンウエハであって、直径が450mm以上、厚みが900 μm 以上、平均結晶粒径が5~50mmであり、1ピースで構成されていることを特徴とする多結晶シリコンウエハ。大型の多結晶シリコンウエハにおいて、ウエハサイズが450mm以上であり、結晶サイズが大きく、表面粗さが小さく、ウエハ面の清浄度が高く、一定の結晶方位を有して研磨面の凹凸を少なくし、かつ単結晶シリコンウエハに近いたわみ量となる、単結晶シリコンウエハの機械的物性に類似した大型の多結晶シリコンウエハを提供することにある。



WO 2012/124596 A1



添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：多結晶シリコンウエハ

技術分野

[0001] 本発明は、一方向凝固多結晶シリコンインゴット用いた安価な450mm以上のシリコンウエハに関する。

背景技術

[0002] LSIプロセスに使用される単結晶シリコンウエハの形状は、時代とともに大口径化しており、将来は直径450mm以上のウエハに移行すると言われている。しかし、現状においては、直径450mm以上の大型単結晶ウエハの製造は、量産面（結晶重量、引上げ時間、冷却方法等の問題）、品質面（結晶欠陥、加工欠陥、平坦度、表面清浄性等の問題）に数多くの課題が残る他、とりわけコスト面に大きな課題（非常に高価）がある為、供給可能な数量は不十分であり、移行準備が整っているとは言えない状況である。

[0003] 一方、シリコンウエハは全てがLSIチップの作製に使用されるわけではなく、工程管理や安定化のために、必ずしも単結晶が必要でないダミーウエハ（フィラーウエハ）の用途がある。特に、直径450mm以上の単結晶ウエハの供給が覚束ない状況下において、これから直径450mm以上の大型単結晶ウエハ用として開発される、新型の各種半導体製造・検査装置の試作・テスト運用には、ダミーウエハは必要不可欠なものである。しかしながら、大口径単結晶シリコンウエハと大口径多結晶シリコンダミーウエハとの間には、表面粗さ、表面清浄性、機械的物性の点で多くの相違点がある為、高価な単結晶ウエハをダミーウエハとして使用せざるを得ないケースも多く、これがLSIプロセス開発の遅延やコスト増を招く要因になっている。

[0004] そこで、本発明では、単結晶シリコンウエハの表面性状や機械的物性に類似した450mm以上のダミーウエハとして適応可能な安価な多結晶シリコンウエハを提供することを目的とする。

本発明では、チョクラルスキー法（Cz法）やフローティングゾーン法（F

Z法)により作製される単結晶インゴットは使用せず、加熱溶解後、一方向凝固で作製したシリコンインゴットを使用する。

溶解法で作製した多結晶のシリコンインゴットは、これまで太陽電池用ウエハで使用されてきたが、半導体用の450mm以上のシリコンウエハとして使用されることは全くなかった。その理由として、以下考えられる。

[0005] 太陽電池用のインゴットの溶解では、680mm角以上の大きさのブロックが製造されている。しかし1枚の太陽電池用のシリコンウエハのサイズ(セルサイズ)は156mm角が一般サイズとなっており、それがいくつも貼り合わされて大きな太陽電池パネルを構成している。

1枚のセルサイズが156mmと小さい理由は、大型サイズのまま加工して太陽電池セルとすることの技術的困難さに加えて、サイズの大型化に伴ってウエハ厚みを増やさないと割れ易くなる一方で、コストダウンの観点からウエハをより薄くするニーズが存在すること、セルサイズが大き過ぎると太陽電池パネルサイズの設計が制約を受けることとなり、使い勝手が良くないことによる。

[0006] セルウエハの厚みは通常、200 μ mであるが、最近では100 μ mまで薄くしたものも登場している。また、太陽電池用Siウエハの表面粗さは、一般にRa0.2~2 μ mであり、最近では光の反射を抑制し光電気変換効率を上げるために、意図的にウエハ表面を粗くする方向にある。

ウエハの結晶粒径から見ると、過去のLSI用焼結シリコン製ウエハでは、特許文献1に記載されているように、結晶粒径100 μ m以下の焼結体であり、また特許文献2に示すように、平均粒径1~10 μ mの焼結体となり、本発明による多結晶シリコンの結晶粒径と比べ、桁違いに小さい。

[0007] これらの焼結シリコン製ダミーウエハは、抗折力、引張強度、ビッカース硬度を調整し、ウエハの強度を高めることは出来ても、ウエハの重力たわみ量を単結晶シリコンウエハのそれに近付けることには自ずと限界があり、直径450mm以上のダミーウエハとして使用することが極めて限定される原因となっている。

- [0008] さらに、ウエハ面の清浄度から見ると、太陽電池用多結晶シリコンウエハでは変換効率に影響する材料内部の純度は7 N以上が要求されるが、ウエハ表面の純度は、光が散乱してしまうような汚れがついていない程度で良かった。一方、焼結法で作製したLSI用焼結シリコン製ウエハは、半導体プロセスに導入するために表面洗浄は厳しく行なわれるが、材料内部に粉末を製造する際に混入した不純物が残留し、表面清浄度の改善は限界があった。
- [0009] 従来技術における多結晶シリコンの結晶方位については、(1 1 1)、(1 1 0)、(1 0 0)を主面方位としている(特許文献3、特許文献4)。通常の溶解Siインゴットの結晶粒径は数mmから100mmと大きい。このため、各結晶粒の方位による研磨速度の相違によってマクロな凹凸が生じてしまうという問題が依然として残っていた。
- [0010] また、従来技術において、多結晶シリコンをダミーウエハとして使用する場合には、単結晶シリコンとほぼ同様の挙動になることが期待され、単結晶シリコンウエハのたわみ量から逸脱しないようにすることが非常に重要であったが、特許文献3、特許文献4には、この点についても問題があった。いずれも半導体用の450mm以上のシリコン製ダミーウエハとして使用されない原因となっていた。
- [0011] ダミーウエハとして使用する多結晶シリコンの従来技術を参考として挙げると、例えば、特許文献3には、多結晶シリコンの結晶方位を制御することと、マスクキング剤を使用したCMP研磨加工を行うことと、基板の主面上に、SiO₂酸化膜厚を備えることにより、平坦性を持ち、機械的強度や耐熱衝撃性に優れた、安価な多結晶シリコンのダミーウエハが提案されている。
- [0012] また、一方向凝固を利用する技術として、特許文献4には、キャスト方を用いたSi系結晶の成長方法において、キャスト成長坩堝の底部に、Siを含む結晶片を配置し、次いでキャスト成長用坩堝内に、結晶片の上方にSi原料を配置し、さらにキャスト成長用坩堝を加熱して、結晶片の一部が残存するようにSi原料を溶解して、Si融液を形成し、これを冷却凝固させることにより、Si系結晶を一方向成長させる技術が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0013] 特許文献1：特開2004-289065号公報

特許文献2：国際公開番号WO2009/011233

特許文献3：特開2009-38220号公報

特許文献4：国際公開番号WO2005/007938

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0014] 本発明は、上記に鑑みてなされたもので、大型の多結晶シリコンウエハにおいて、ウエハサイズが450mm以上であり、結晶サイズが大きく、表面粗さが小さく、ウエハ面の清浄度が高く、一定の結晶方位を有して研磨面の凹凸を少なくし、かつ単結晶シリコンウエハに近いたわみ量となる、単結晶シリコンウエハの機械的物性に類似した大型の多結晶シリコンウエハを提供することにある。

課題を解決するための手段

[0015] 上記の課題を解決するために、本発明者等は、多結晶シリコンの製造試験を繰り返し行って検証した結果、単結晶シリコンウエハの機械的物性に類似した大型の多結晶シリコンウエハを得ることができるとの知見を得た。

本発明は、上記知見に基づき、

1. 一方向凝固溶解法により作製した多結晶シリコンウエハであって、主面方位が(311)面であり、直径が450mm以上、厚みが900 μ m以上、平均結晶粒径が5～50mmであり、1ピースで構成されていることを特徴とする多結晶シリコンウエハ
2. ウエハの平均表面粗さRaが1nm以下であることを特徴とする上記1記載の多結晶シリコンウエハ
3. ウエハ表面のNa, Al, Cr, Fe, Ni, Cuの不純物濃度がそれぞれ 1×10^{10} atoms/cm²未満であることを特徴とする上記1又は2

記載の多結晶シリコンウエハ、を提供する。

[0016] 本発明は、また

4. 多結晶シリコンウエハの主面方位が(3 1 1)面であり、(3 1 1)面と、(1 1 0)面、(5 5 1)面、(2 2 1)面、(5 5 3)面、(3 3 5)面、(1 1 2)面、(1 1 5)面、および(1 1 7)面の何れか1つ以上との合計の総面積が基板面の総面積の50%以上、(1 1 1)面の総面積が基板面の総面積の30%未満、(1 0 0)面の総面積が基板面の総面積の10%未満であることを特徴とする上記1～3のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ

5. 一方向凝固法で作製した多結晶シリコンインゴットの側面から30mm以上を取り除いて作製することを特徴とする上記1～4のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ

6. 多結晶シリコンのCおよびO含有量がそれぞれ100ppm以下であることを特徴とする上記1～5のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ

7. ダミーウエハとして使用することを特徴とする上記1～6のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ

8. 凝固方向に垂直な面に対し、ウエハの面が $\pm 10^\circ$ 以内となるように切出して多結晶シリコンウエハの面方位を測定することを特徴とする上記4～6のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ、を提供する。

発明の効果

[0017] 一方向凝固させた多結晶シリコンインゴットを用いることにより、主面方位が(3 1 1)面の安価な450mm以上のダミー用シリコンウエハを作製できる。そして、多結晶ウエハの材料純度及びウエハ表面の清浄度を高めたことにより、作製した多結晶シリコンウエハは、半導体製造等のプロセス装置に導入しても装置および他の部材を汚染しないという効果がある。また、溶解インゴット外層の等軸チル層に近い組織を除去して、450mm以上のウエハを取り出すことにより、重力たわみ挙動が単結晶と類似した特性となり、プロセス装置導入に適したウエハとなる優れた効果がある。さらに、多結

晶シリコンの面方位を実質的に（３１１）面が主成分となるように組み立てることにより、研磨面に生じる粒界の段差を極力小さくすることができる効果がある。

図面の簡単な説明

[0018] [図1]ウエハの重力たわみ量の測定方法の説明図（写真）である。

[図2]シリコンインゴットの凝固方向に垂直な面に対し±１０°以内をウエハ面とする概念説明図を示す図である。

[図3]本発明による多結晶シリコンウエハの結晶粒の配列をＥＢＳＰ解析装置（Electron Back Scattering Pattern：電子後方散乱パターン）で撮影した図である。

発明を実施するための形態

[0019] 本発明の多結晶シリコンウエハは、一方向凝固溶解法により作製した主面方位が（３１１）面の多結晶シリコンウエハである。なお、主面方位とは、多結晶シリコンであるためウエハ面には様々な結晶方位が観察されるが、ウエハ面の総面積の中で最も面積比率が高い結晶方位を意味する。本願明細書中では、この意味で「主面方位」を使用する。

このウエハの直径は４５０ｍｍ以上、厚みが９００μｍ以上であり、平均結晶粒径が５～５０ｍｍである。そしてこの多結晶シリコンウエハは、複数部材を接合して構成することなく、１ピースで構成されていることが大きな特徴である。１枚のウエハが４５０ｍｍ以上であるが、大型インゴットをマルチワイヤーソーで加工する技術を確立することにより製造可能となった。

単結晶のダミーウエハとして使用する場合には、平均結晶粒径が５～５０ｍｍとするのが好適である。また、多結晶シリコンウエハの厚みを９００μｍ以上とすることにより、強度を向上させることが可能となった。

[0020] この多結晶シリコンウエハの平均表面粗さＲ_aを１ｎｍ以下とすることができる。この表面粗さは、全反射するレベルまでの鏡面加工を行う。従来は、光の反射を抑制し、光電気変換効率を上げるために、むしろ意図的にウエハ表面を粗くする方策が採られたが、本願発明は、この方策を採用しない。

このように、平均表面粗さ R_a を 1 nm 以下とすることにより、多結晶シリコン特有の多数の結晶粒に起因する結晶粒相互の段差を少なくする方策を採用した。これは研削方法、研磨方法を適切に選択することにより実現できるものである。さらに、隣り合う結晶の高低差を、 20 nm 以下にすることが望ましく、本願発明は、これらを包含するものである。

[0021] 本願発明の多結晶シリコンウエハは、その表面の Na 、 Al 、 Cr 、 Fe 、 Ni 、 Cu の不純物濃度をそれぞれ $1 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 未満とすることができる。多結晶シリコンウエハであるにもかかわらず、材料純度を上げ、表面清浄を十分に行うことにより、上記の純度を達成することが可能となった。さらに、この純度を向上させることが可能となった背景には、従来では結晶粒界や結晶粒の三角点に段差があり、そこに不純物がこびりつく問題があったが、上記のように結晶粒相互の段差を少なくし、隣り合う結晶の高低差を小さくすることにより、さらに不純物の低減化が可能となったことである。

[0022] 本発明の多結晶シリコンウエハは、また主面方位が (311) 面であり、 (311) 面と、 (110) 面、 (551) 面、 (221) 面、 (553) 面、 (335) 面、 (112) 面、 (115) 面、及び (117) 面の何れか1つ以上との合計の総面積が基板面の総面積の 50% 以上、 (111) 面の総面積が基板面の総面積の 30% 未満、 (100) 面の総面積が基板面の総面積の 10% 未満とするものである。

[0023] これは、内壁の表面粗さが $300 \sim 700 \mu\text{m}$ の範囲内としたシリカ製坩堝の底面部（底面は平面形状）に対して、 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ の高純度（ 99.9999% 以上）のシリコン膜をスパッタ成膜したものをを用いて、凝固速度を $0.45 \sim 0.65 \text{ mm/分}$ とし、一方向凝固法で作製した場合に、 Si インゴットの凝固方向に垂直な面が実質的に、 (311) 方向となることを見出し、この面をシリコンウエハのフロント又はバック面とすることによって、上記研磨面のマクロ的な凹凸の発生を、より効率的に無くすることが可能となった。尚、坩堝材、坩堝内壁の表面粗さ、坩堝底面部にスパッタ・シリコ

ン膜、及び凝固速度が、上記記載の範囲から外れた場合、主面方位が（3 1 1）面となるように制御するのが困難であった。

[0024] さらに、本発明は、多結晶シリコンウエハは、一方向凝固法で作製した多結晶シリコンインゴットの側面から30mm以上を取り除いて作製することが望ましい。単結晶ウエハのたわみ量に近づけるために、上記のように多結晶シリコンインゴットの側面から30mm以上を取り除いて、直径450mm以上を確保することが望ましく、本願発明は、これを達成できる。

[0025] さらに、本発明の多結晶シリコンウエハは、多結晶シリコン部のCおよびO含有量をそれぞれ100ppm以下とすることが望ましい。また、上記多結晶シリコンウエハの面方位を測定する際には、凝固方向に垂直な面に対し、ウエハの面が $\pm 10^\circ$ 以内となるように切出して多結晶シリコンウエハの面方位を測定することが良い。

[0026] 以上に説明した多結晶シリコンウエハは、機械的強度が高く、加工性に富むので、メカニカルウエハ（あるいはダミーウエハ）として使用するだけでなく、スパッタリングターゲットや半導体製造装置のホルダー等の各種部品として使用することもできる。

以上により、大型の多結晶シリコンウエハにおいても、ウエハサイズが450mm以上であり、結晶サイズが大きく、表面粗さが小さく、ウエハ面の清浄度が高く、一定の結晶方位を有して研磨面の凹凸を少なくし、かつ単結晶シリコンウエハに近いたわみ量となる。

[0027] これによって、単結晶シリコンウエハの機械的物性に類似した大型の多結晶シリコンウエハを得ることができ、メカニカルウエハとして使用される単結晶シリコンの機械的物性に類似した大型の多結晶シリコンウエハを提供することができる。また、強度が高いため、歩留まりを大きく向上させ、製造コストを低減できるという大きな特徴を有する。

実施例

[0028] 次に、実施例に基づいて本発明を説明する。なお、以下の実施例は発明を容易に理解できるようにするためのものであり、本発明はこれらの実施例に

制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想に基づく他の例又は変形は、当然本発明に含まれるものである。なお、特性の対比のために、比較例も示す。

[0029] (実施例1、実施例2、実施例3、比較例3)

内壁の表面粗さが300～700 μm の範囲内であるシリカ製坩堝の底面部(底面は平面形状)に対して、高純度(99.99999%)シリコン膜を15 μm 厚でスパッタ成膜したものをを用いて、凝固速度が0.55 mm/分の条件で、一方向凝固法により純度6Nのシリコンインゴットを作製した。

この時、インゴットの外径は $\phi 510\text{ mm}$ とした。このインゴットの凝固方向に垂直な面の主面方位は(311)面であり、(311)面と、(110)面、(551)面、(221)面、(553)面、(335)面、(112)面、(115)面、及び(117)面の何れか1つ以上との合計の総面積が基板面の総面積の50%以上、(111)面の総面積が基板面の総面積の30%未満、(100)面の総面積が基板面の総面積の10%未満であった。

[0030] 次に、この柱状晶の多結晶シリコンインゴットを、円筒研削加工によりより直径450 mm、マルチワイヤーソー加工により厚さ約1 mmにスライスし、研削、研磨工程を経て鏡面仕上げ、洗浄処理を行った。この時、凝固方向に垂直な面に対するウエハの面の角度は、実施例1が+0.005°、実施例2が+5.600°、実施例3が+9.980°、比較例3が-10.850°となるようにした。

[0031] (実施例4、比較例4、比較例5)

インゴットを作成する際、インゴットの外径を実施例4が $\phi 550\text{ mm}$ 、比較例4が $\phi 470\text{ mm}$ 、比較例5が $\phi 490\text{ mm}$ とした以外は、実施例1と同じ方法でシリコンインゴットを作成した。

[0032] 次に、この柱状晶の多結晶シリコンインゴットを、実施例1と同様に、円筒研削加工により、直径450 mm、マルチワイヤーソー加工により、厚さ約1 mmにスライスし、研削、研磨工程を経て鏡面仕上げ、洗浄処理を行った

。この時、凝固方向に垂直な面に対するウエハの面の角度は、実施例4が -0.001° 、比較例4が -0.002° 、比較例5が $+0.004^{\circ}$ となるようにした。

[0033] (比較例1)

表面粗さが凡そ $200\mu\text{m}$ の石英ガラス製坩堝を用い、凝固速度を $1\text{mm}/$ 分の条件で一方向凝固法により、シリコンインゴットを作成した。この時、インゴットの外径は $\phi 510\text{mm}$ とした。このインゴットの凝固方向に垂直な面の主面方位は (111) 面であった。

[0034] 次に、この柱状晶の多結晶シリコンインゴットを、実施例1と同様に、円筒研削加工により直径 450mm 、マルチワイヤーソー加工により厚さ約 1mm にスライスし、研削、研磨工程を経て鏡面仕上げ、洗浄処理を行った。この時、凝固方向に垂直な面に対するウエハの面の角度は、 -0.002° となるようにした。

[0035] (比較例2)

太陽電池用で一般に使用される鏡面仕上げを行なわない R_a が 300nm ($0.3\mu\text{m}$)のウエハ(市販品)を用意した。このウエハ面の主面方位は、 (100) 面であった。これらのウエハを実施例1と同一の洗浄条件で表面洗浄を行なった。

[0036] これらのウエハについて、表面粗さ、表面の不純物、最大重力たわみの分析・計測を行なった。最大重力たわみについては、図1のように、ウエハ外周 240° の縁を 3mm 幅のガイドで下から支持し、残り 120° の縁を浮かした状態として、浮いているウエハ外周部の真中を重力たわみ最大の位置としてレーザ計測し、反対側のノッチ位置のレーザ計測値と対比することで求めた。これらの結果を表1に示す。

[0037]

[表1]

	インゴット サイズ(mm)	取り除いた 外層厚み(mm)	凝固方向に垂直な面に対する ウエハの面の角度(°)	平均表面粗さ Ra(nm)	ウエハ表面の不純物分析(x E10 atoms/cm)					最大重力 たわみ(μm)
					Na	Al	Fe	Ni	Cu	
実施例1	510	30	+0.005	0.08	<1	<1	<1	<1	<1	640
実施例2	510	30	+5.600	0.77	<1	<1	<1	<1	<1	638
実施例3	510	30	+9.980	0.95	<1	<1	<1	<1	<1	646
実施例4	550	50	-0.001	0.13	<1	<1	<1	<1	<1	645
比較例1	510	30	-0.002	1.9	<1	<1	4.8	<1	1.2	562
比較例2	-	-	-	300	64	360	3200	47	1500	567
比較例3	510	30	-10.850	1.5	<1	<1	<1	<1	<1	650
比較例4	470	10	-0.002	0.1	<1	<1	<1	<1	<1	580
比較例5	490	20	+0.004	0.09	<1	<1	<1	<1	<1	610

注:最大重力たわみ:20枚の平均値

[0038] 上記表 1 に示すように、平均表面粗さ R_a について、実施例 1 は 0.08 nm 、実施例 2 は 0.77 nm 、実施例 3 は 0.95 nm 、実施例 4 は 0.13 nm となり、いずれも 1 nm 以下であった。実施例 1 のウエハ表面の結晶粒の配列を撮影したものを図 3 に示す。また、ウエハ表面の不純物を分析した結果、 Na 、 Al 、 Fe 、 Ni 、 Cu の不純物濃度が、それぞれ $1 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 未満であった。

[0039] また、表 1 には Cr の分析結果を示していないが、同様の結果が得られた。最大重力たわみについては、実施例 1 が $640 \mu\text{m}$ 、実施例 2 が $638 \mu\text{m}$ 、実施例 3 が $646 \mu\text{m}$ 、実施例 4 が $645 \mu\text{m}$ となり、 450 mm 単結晶ウエハのたわみである $642 \mu\text{m}$ に近似していた。

この実施例 1、2、3、4 に示す高純度多結晶シリコンウエハは、半導体のプロセス装置に導入が可能であり、特に問題を生ずることはなかった。

[0040] これに対して、比較例 1 は、平均表面粗さ R_a が 1.9 nm となり、また、ウエハ表面の不純物を分析した結果、 Na 、 Al 、 Ni の不純物濃度がそれぞれ $1 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 未満であったが、 Fe については不純物濃度 $4.8 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ となり、また Cu については不純物濃度が $1.2 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ と増加した。 R_a を 1 nm 以下にしないと半導体のプロセス装置に導入できるような高純度ウエハが得ることが困難となる傾向が認められる。

最大重力たわみについては、 $562 \mu\text{m}$ となり、 450 mm 単結晶ウエハのたわみである $642 \mu\text{m}$ から外れていた。この比較例 1 に示す多結晶シリコンウエハは、半導体のプロセス装置への導入には不適合なものであった。

[0041] 比較例 2 については、平均表面粗さ R_a が 300 nm となり、また、ウエハ表面の不純物を分析した結果、 Na については不純物濃度 $64 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 、 Al については不純物濃度 $360 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 、 Fe については不純物濃度 $3200 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 、 Ni については不純物濃度 $47 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ 、また Cu については不純物濃度が $1500 \times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$ と著しく増加した。最大重力

たわみについては、 $567\mu\text{m}$ となり、 450mm 単結晶ウエハのたわみである $642\mu\text{m}$ から外れていた。

この比較例2に示す多結晶シリコンウエハは、半導体のプロセス装置への導入には不可能と判断されるものであった。

[0042] 比較例3については、平均表面粗さ R_a が 1.5nm 、最大重力たわみが $650\mu\text{m}$ となり、と実施例1～4に比べてどちらも若干大きな値となった。表面粗さが大きい場合、特に洗浄等の湿式プロセス用のダミーウエハとしての適正を欠くこととなる。

[0043] 比較例4、5については、最大重力たわみがそれぞれ、 $580\mu\text{m}$ 、 $610\mu\text{m}$ となり、単結晶ウエハのたわみより小さくなった。外層の取り除きが 30mm 以下で不足した結果、等軸チル層のような微細な組織がリング状に偏析したものがウエハ周縁に残存することになり、 450mm 単結晶ウエハのたわみである $642\mu\text{m}$ よりも小さくなってしまいう方向で外れる結果となった。

[0044] 今回のインゴットは、実施例・比較例共に円柱状の形状で製造したが、角型に溶解したインゴットでも同様であった。

[0045] 一方向凝固で作製したシリコンインゴットの凝固方向に垂直な面に対し $\pm 10^\circ$ 以内をウエハ面（側面でない）とすることにより、 (311) 面が主方位となる結晶粒が多く、結晶粒間のウエハ内における段差を低減できる。

図2に、シリコンインゴットの凝固方向に垂直な面に対し $\pm 10^\circ$ 以内をウエハ面とする概念説明図をしめす。図3は、多結晶シリコンウエハの結晶粒を示す。 (311) 面が主方位である結晶が多く見られる。結晶粒が方々向いていると、角結晶方位ごとにエッチング速度が異なるために至る所に段差が生じ凹凸の多いウエハになる。

産業上の利用可能性

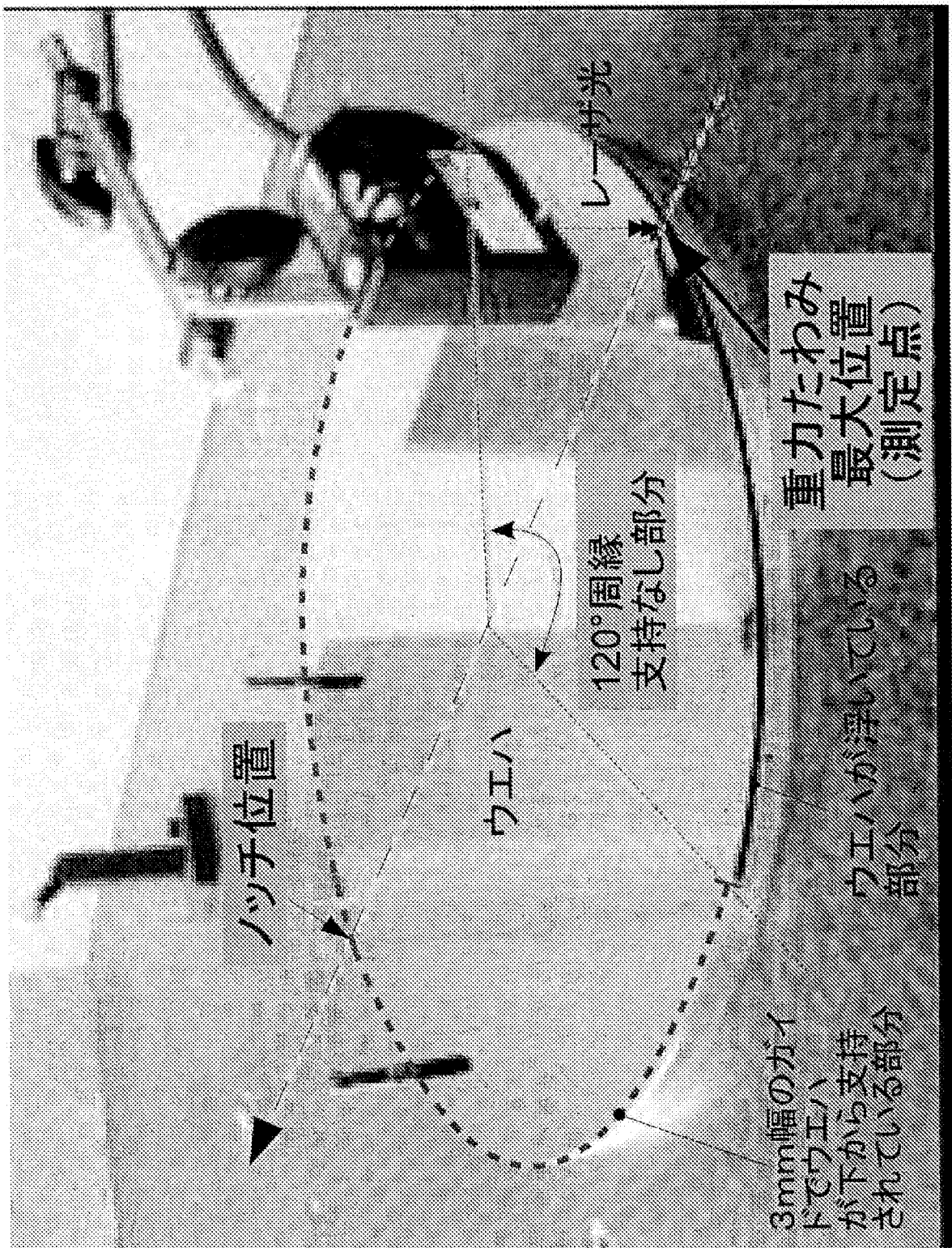
[0046] 本発明は、多結晶シリコンウエハの材料純度及びウエハ表面の清浄度を高めたことにより、半導体製造等のプロセス装置に導入しても装置および他の部材を汚染しないという効果があり、また溶解インゴット外層の等軸チル層に

近い組織を除去して、450 mm以上のウエハを取り出すことにより、重力たわみ挙動が単結晶と類似した特性となり、プロセス装置導入に適したウエハとなる優れた効果がある。さらに、多結晶シリコンの面方位を実質的に（311）面が主成分となるように組み立てることにより、研磨面に生じる粒界の段差を極力小さくすることができる効果がある。このように、本発明の一方向凝固させた多結晶シリコンインゴット用いて製作した多結晶シリコンウエハは、安価でかつ450 mm以上の大型多結晶シリコンウエハとして、特にダミー用シリコンウエハとして有用である。

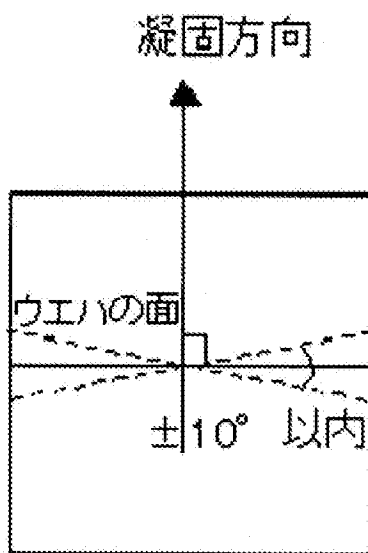
請求の範囲

- [請求項1] 一方向凝固溶解法により作製した多結晶シリコンウエハであって、主面方位が(3 1 1)面であり、直径が4 5 0 mm以上、厚みが9 0 0 μ m以上、平均結晶粒径が5 ~ 5 0 mmであり、1 ピースで構成されていることを特徴とする多結晶シリコンウエハ。
- [請求項2] ウエハの平均表面粗さR aが1 nm以下であることを特徴とする請求項1記載の多結晶シリコンウエハ。
- [請求項3] ウエハ表面のNa, Al, Cr, Fe, Ni, Cuの不純物濃度がそれぞれ 1×10^{10} atoms/cm²未満であることを特徴とする請求項1又は2記載の多結晶シリコンウエハ。
- [請求項4] 多結晶シリコンウエハの主面方位が(3 1 1)面であり、(3 1 1)面と、(1 1 0)面、(5 5 1)面、(2 2 1)面、(5 5 3)面、(3 3 5)面、(1 1 2)面、(1 1 5)面、および(1 1 7)面の何れか1つ以上との合計の総面積が基板面の総面積の5 0 %以上、(1 1 1)面の総面積が基板面の総面積の3 0 %未満、(1 0 0)面の総面積が基板面の総面積の1 0 %未満であることを特徴とする請求項1 ~ 3のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ。
- [請求項5] 一方向凝固法で作製した多結晶シリコンインゴットの側面から3 0 mm以上を取り除いて作製することを特徴とする請求項1 ~ 4のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ。
- [請求項6] 多結晶シリコンのCおよびO含有量がそれぞれ1 0 0 ppm以下であることを特徴とする請求項1 ~ 5のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ。
- [請求項7] ダミーウエハとして使用することを特徴とする請求項1 ~ 6のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ。
- [請求項8] 凝固方向に垂直な面に対し、ウエハの面が $\pm 10^\circ$ 以内となるように切出して多結晶シリコンウエハの面方位を測定することを特徴とする請求項4 ~ 6のいずれか一項に記載の多結晶シリコンウエハ。

[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/055952

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C01B33/02 (2006.01) i, C30B29/06 (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)

C01B33/02, C30B29/06

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	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

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

JSTPlus (JDreamII), JST7580 (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2009/011234 A1 (Nippon Mining & Metals Co., Ltd.), 22 January 2009 (22.01.2009), entire text & US 2010/0187661 A1 & EP 2168916 A1 & CN 101743195 A & KR 10-2010-0022514 A & TW 200907123 A	1-8
A	JP 2007-099536 A (Fujifilm Corp.), 19 April 2007 (19.04.2007), paragraphs [0022] to [0027], [0049] & US 2007/0075403 A1	1-8
A	JP 2008-101277 A (Mitsubishi Materials Corp.), 01 May 2008 (01.05.2008), entire text (Family: none)	1-8



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
06 June, 2012 (06.06.12)

Date of mailing of the international search report
19 June, 2012 (19.06.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/055952

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 10-273374 A (Kawasaki Steel Corp.), 13 October 1998 (13.10.1998), examples (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))
Int.Cl. C01B33/02 (2006.01)i, C30B29/06 (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 (I P C))

Int.Cl. C01B33/02, C30B29/06

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 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)

JSTPlus(JDreamII), JST7580(JDreamII)

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
A	WO 2009/011234 A1 (日鉱金属株式会社) 2009.01.22, 全文 & US 2010/0187661 A1 & EP 2168916 A1 & CN 101743195 A & KR 10-2010-0022514 A & TW 200907123 A	1-8
A	JP 2007-099536 A (富士フイルム株式会社) 2007.04.19, 【0022】 - 【0027】, 【0049】 & US 2007/0075403 A1	1-8

☒ 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

0 6 . 0 6 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

1 9 . 0 6 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

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)

佐藤 哲

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

4 G

3 9 4 7

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 2008-101277 A (三菱マテリアル株式会社) 2008.05.01, 全文 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 10-273374 A (川崎製鉄株式会社) 1998.10.13, 【実施例】 (ファミリーなし)	1-8