

(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8月27日(27.08.2009)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2009/104532 A1

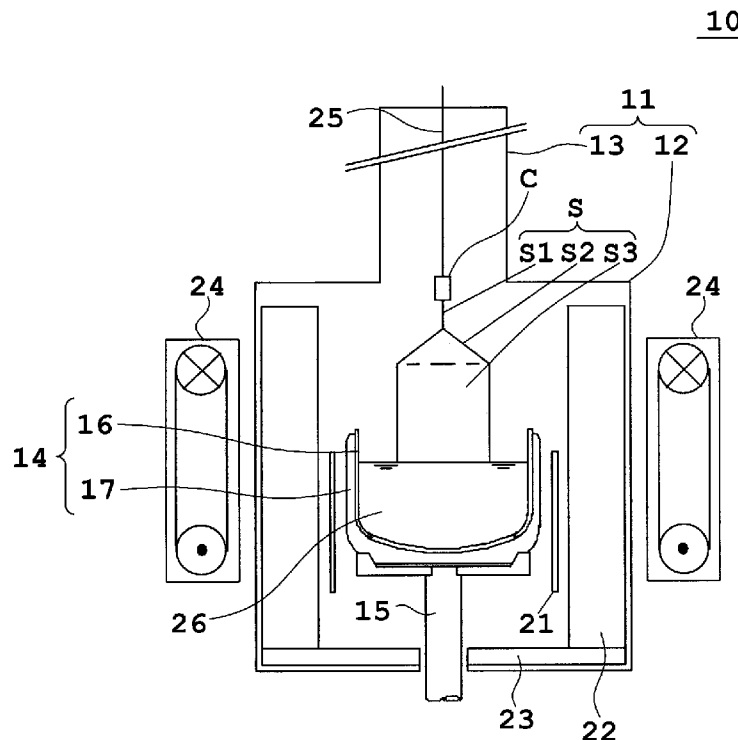
- (51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01) C30B 15/20 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/052484
- (22) 国際出願日: 2009年2月16日(16.02.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-036679 2008年2月18日(18.02.2008) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社SUMCO (SUMCO CORPORATION) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 藤原 俊幸 (FUJIWARA, Toshiyuki) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内 Tokyo (JP). 細井 健彦 (HOSOI, Takehiko) [JP/JP]; 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内 Tokyo (JP). 中村 剛
- (74) 代理人: 安倍 逸郎 (ABE, Itsurou); 〒8020005 福岡県北九州市小倉北区堺町1丁目9-6 コンプレート堺町ビル403号 安倍国際特許事務所 Fukuoka (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, 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, 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

[続葉有]

(54) Title: SILICON MONOCRYSTAL GROWTH METHOD

(54) 発明の名称: シリコン単結晶成長方法

[図1]



(57) Abstract: Since the silicon monocrystal growth is completed before the liquid level of a molten liquid reaches a corner portion of a quartz crucible, it is possible to suppress generation of transition in the vicinity of the growth boundary of the silicon monocrystal growing without transition, thereby preventing lowering of the yield.

(57) 要約: 溶融液の液面が石英ルツボのコーナー部に達する前に、シリコン単結晶の成長を終了するので、シリコン単結晶の有転位化を抑制し、歩留まりの低下を防止できる。

WO 2009/104532 A1

(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, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). 添付公開書類:
— 國際調查報告 (條約第 21 條(3))

明 細 書

シリコン単結晶成長方法

技術分野

[0001] この発明はシリコン単結晶成長方法、詳しくはシリコン単結晶の有転位化の発生頻度を抑えることが可能なシリコン単結晶成長方法に関する。

背景技術

[0002] チョクラルスキー法(CZ法)によるシリコン単結晶製造においては、石英ルツボ内で固体のシリコン原料を加熱溶解して熔融液(シリコン融液)を形成する。その後、熔融液に種結晶を浸してこれを回転させながら引き上げ、種結晶の下方にシリコン単結晶を成長させる(例えば、特許文献1など)。

ここで使用される種結晶は直径が数十mm以下である。一般的な結晶成長方法によれば、まずネック部を経て種結晶の直径より大きい所定径まで増径(増径部)する。その後、ほぼ一定径の直胴部(ボディ部)を所定長さ形成し、次に、減径部を形成して熔融液からシリコン単結晶を切り離す。なお、ネック部は、種結晶を熔融液に浸した時などに導入される転位を除去する部分である。減径部は、成長中のシリコン単結晶が、シリコン融液から切り離れる際の急激な温度変化による転位の発生を防ぐ部分である。

[0003] 得られたシリコン単結晶の直胴部に対しては、外周研削、スライスが施されることによりウェーハが作製され、さらにこのウェーハに研磨が施される。その後、必要により熱処理、エピタキシャル成長などが施され、半導体装置の材料であるシリコンウェーハなどが作製される。シリコンウェーハには、例えば、半導体装置の製造過程の熱処理時の熱応力による破壊を防ぐため、無転位でスリップが無いことが必要とされる。

[0004] 特許文献1:日本国特開平11-278993号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、CZ法によるシリコン単結晶の製造工程にあつては、無転位で成長中のシリコン単結晶の成長界面近傍に転位が発生(有転位化)することがある。一度有

転位化すれば、それ以降の成長部位には転位が増殖し、場合によっては多結晶化し、製品として使用不能になる。

シリコン単結晶の場合、転位が伝搬する優勢なすべり面は{111}面である。半導体装置の材料として用いられるシリコンウェーハは、多くの場合、(100)面を直胴部の断面(成長界面)とほぼ一致させている。このとき、{111}面は成長界面より約 54.7° の角度である。そのため、有転位化の時点では無転位で成長された部位でも、転位が発生する面内位置によっては、直胴部の直径を超える長さの部分が、転位のすべりによって、スリップおよび転位を内在することになる。その結果、この部分は製品化することができない。

[0006] 結晶成長初期に有転位化した場合には、成長を中断し、得られたシリコン単結晶を再度熔融液に溶かし込み、最初から引上を再開することができ、問題は小さい。しかしながら、結晶成長後半で有転位化が発生した場合には、問題が大きくなる。すなわち、石英ルツボに残った熔融液の量が少ないこともあり、成長した結晶を溶かすために長時間が必要で、生産性を大きく阻害し、結晶成長を中断してシリコン単結晶を取り出したり、転位を無視して成長を続行することになる。

近年、シリコン単結晶の大口径化が推進されており、直径300mmのシリコン単結晶が製造されている。また、450mmのシリコン単結晶の製造も予測されている。しかしながら、大口径化が進むほど有転位に伴う不良部位が増加し、これがシリコン単結晶製造における歩留まりの阻害要因となっている。しかしながら、未だ、その発生原因は十分に解明されていない。

[0007] そこで、発明者は、鋭意研究の結果、石英ルツボの構造に着目した。すなわち、一般的な石英ルツボは、外径が一定の周壁部(石英ルツボの円筒形状の周側部分)と、外面が所定の曲率半径を有した膨出形状の底部と、これらを一体的に連結し、外面の曲率半径が底部の外面の曲率半径より小さいコーナー部とから構成されている。しかも、有転位化時期の確認試験を行った結果、熔融液の液面がコーナー部に達した時と、縦断面視して円弧状のコーナー部の中間位置に熔融液が達した時とに、シリコン単結晶の有転位化が顕著になることを知見した。そこで、有転位化が顕著となる液面高さに熔融液の液面が達する前に、シリコン単結晶の少なくとも直胴部の引

き上げを終了すれば、有転位化を抑制し、シリコン単結晶の歩留まりの低下を防げることを確認し、この発明を完成させた。なお、この有転位化が顕著となる液面高さに溶融液の液面が達する前に、シリコン単結晶の全体の引き上げを終了すればさらに好適となる。

[0008] また、発明者は、さらなる研究を行った。その結果、このような有転位化の防止策を講じたことで生じる弊害に対しては、シリコン単結晶の成長の終了直後、石英ルツボに結晶用シリコン原料を補充し、この成長を再開すればよいことを知見し、この発明を完成させた。前記弊害としては、例えば、シリコン単結晶の短尺化に伴う生産性の低下、引き上げ後に石英ルツボ内の溶融液の残量が多いことによる歩留まりの低下などが挙げられる。

[0009] この発明は、シリコン単結晶の口径に拘わらず、シリコン単結晶の成長中の有転位化を抑制でき、これを原因としたシリコン単結晶製造の歩留まりの低下を防止できるシリコン単結晶成長方法を提供することを目的としている。

また、この発明は、有転位化の防止策を講じて生じたシリコン単結晶の短尺化に伴う生産性の低下および溶融液のルツボ内残量の増加に伴う歩留まりの低下を防止できるシリコン単結晶成長方法を提供することを目的としている。

課題を解決するための手段

[0010] 請求項1に記載の発明は、石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を充填して溶融し、その溶融液に浸漬した種結晶を回転させながら引き上げて、該種結晶の下方に直径が一定の直胴部を有したシリコン単結晶を成長させるチョコラルスキー法によるシリコン単結晶成長方法において、前記石英ルツボは、外径が一定した周壁部と、該周壁部の下方に配置されて外面が所定の曲率半径を有する膨出形状の底部とを、該底部の外面の曲率半径より外面の曲率半径が小さい膨出形状のコーナー部により分離不能に連結した容器で、前記溶融液の液面が前記周壁部の領域に存在する状態で前記シリコン単結晶の成長を開始し、前記溶融液の液面が前記コーナー部に達する前に、前記シリコン単結晶の前記直胴部の成長を終了するシリコン単結晶成長方法である。

[0011] 請求項1に記載の発明によれば、溶融液の液面が周壁部の領域に存在する状態

で、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の成長を開始する。その後、熔融液の液面がコーナー部に達する前に、シリコン単結晶の直胴部の引き上げを終了する。これにより、シリコン単結晶の有転位化を抑制し、この有転位化を原因としたシリコン単結晶製造の歩留まりの低下を防ぐことができる。

[0012] 引き上げられるシリコン単結晶は、例えば6インチウェーハ用の単結晶、8インチウェーハ用の単結晶、300mm以上のウェーハ用の単結晶などでもよい。

石英ルツボの周壁部は、その外径が周壁部の全長にわたって一定している。すなわち、周壁部は水平な断面形状と断面積とが、その全長にわたって一定の円筒体である。

石英ルツボは、円筒体の周壁部と、所定の曲率半径を有するコーナー部との接合部分で変形する。熔融液がこの領域に達したとき、引き上げ中のシリコン単結晶の有転位化が発生し易くなる。

[0013] 結晶用シリコン原料としては、固体の多結晶シリコンを採用することができる。もちろん、熔融液にはボロン(B)、リン(P)などのドーパントを投入してもよい。

単結晶成長の開始時における石英ルツボ内の熔融液の量は、液面が周壁部に達する量であればよい。

シリコン単結晶の形状としては、例えばネック部(絞り部)、増径部(上向きコーン部)、直胴部、減径部(下向きコーン部)を有するものを採用することができる。また、ネック部がほとんどないもの、減径部が存在しないものでもよい。

[0014] チョクラルスキー法としては、一般的なCZ法だけでなく、磁場印加方式チョクラルスキー引き上げ法(MCZ法)を採用してもよい。

石英ルツボのコーナー部の外面の曲率半径は、周壁部の外径の10~30%である。10%未満では曲率が小さく、ルツボを製造する際の厚みを均一にすることが難しくなる。また、30%を超えれば、コーナー部による膨出形状が顕著となり、膨出部の容積が大きくなる。これにより、本発明によるシリコン単結晶の成長終了時点での石英ルツボ内の熔融液の残量が多くなり、歩留まりの低下が顕著になる。特に、コーナー部の外面の曲率半径が、周壁部の外径の15~25%であれば、ルツボの厚さの均一性を著しく阻害せず、シリコン単結晶の成長終了時における石英ルツボ内の熔融液

の残量が多くなりすぎない。

[0015] 石英ルツボの底部の外面の曲率半径は、周壁部の外径の80%以上である。80%未満では底部の膨出が大きくなる。これにより、膨出部の容積が増大し、本発明によるシリコン単結晶の成長を終了した時点で、石英ルツボ内の熔融液の残量が多くなる。その結果、シリコン単結晶の歩留まりの低下が顕著になる。特に、底部の外面の曲率半径が、周壁部の外径の90%以上の範囲であれば、本発明によるシリコン単結晶の成長を終了した時点の石英ルツボ内の熔融液の残量が過多とならない。

[0016] 「膨出形状」とは、石英ルツボの外方へ膨れた形状をいう。

「熔融液の液面が周壁部の領域に存在する状態」とは、石英ルツボ内の熔融液が、底部の領域とコーナー部の領域とを超えて、周壁部の領域まで到達している状態をいう。

「熔融液の液面がコーナー部に達する前に、シリコン単結晶の直胴部の成長を終了する」とは、シリコン単結晶の成長に伴って石英ルツボ内の熔融液の残量が徐々に減り、その液面が周壁部の領域に止まっているうちに、直胴部の成長を終了することをいう。これは、前記液面が周壁部の領域に在るうちに、少なくとも直胴部の成長が終了していればよいことを意味する。具体的には、熔融液の液面が周壁部の領域に存在する間に、減径部の途中までシリコン単結晶が成長されたり、シリコン単結晶の全体の成長が終了する場合を含む。

[0017] 請求項2に記載の発明は、前記シリコン単結晶の成長を終了した直後、前記石英ルツボ内に前記結晶用シリコン原料を補充し、それから前記チョクラルスキー法でのシリコン単結晶の成長を再び行うとともに、前記熔融液の液面が前記コーナー部に達する前までに前記シリコン単結晶の直胴部の成長を終了するという工程を、1回または2回以上繰り返す請求項1に記載のシリコン単結晶成長方法である。

[0018] 請求項1に記載されたシリコン単結晶の有転位化防止策を講じれば、引き上げ可能なシリコン単結晶の長さが従来に比べて短くなる。これにより、シリコン単結晶の生産性が低下する。そこで、これを解消するため、請求項2に記載の発明によれば、シリコン単結晶の成長(単結晶全体の成長)の終了直後、石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を補充し、次に、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の成長を再開する。

これにより、請求項1の有転位化の防止策を講じた場合に比べて、有転位化の防止策を原因としたシリコン単結晶の短尺化に伴うシリコン単結晶の生産性の低下および熔融液のルツボ内残量の増加に伴う歩留まりの低下を防止できる。歩留まりの低下を防げる理由は、原料補充後の引き上げ再開を所定回数行ったとき、最終のシリコン単結晶の成長停止後に石英ルツボ内に残る熔融液の量と、1回目のシリコン単結晶の引き上げ後の熔融液の残量とが略同じになるからである。

[0019] 「シリコン単結晶の成長を終了した直後」とは、シリコン単結晶の成長の終了後、シリコン単結晶に対する他の工程が施される前を意味する。

結晶用シリコン原料の補充方法としては、例えば粒状または塊状の多結晶シリコンを熔融液に投入することで行われる。その投入量は、熔融液の液面が、再び周壁部の領域に位置される量である。

「チョコラルスキー法でのシリコン単結晶の成長を再び行う」とは、新たな種結晶を再びこの熔融液に浸漬し、その後、種結晶を回転させながら、これを引き上げることにより、種結晶の下方にシリコン単結晶を成長させることをいう。

[0020] 「熔融液の液面がコーナー部に達する前までにシリコン単結晶の直胴部の成長を終了する」とは、シリコン単結晶の引き上げが進み、石英ルツボ内の熔融液の液面が周壁部とコーナー部との境界に到達する前に、そのシリコン単結晶の直胴部の成長（引き上げ）を終了することを意味する。もちろん、この時点で直胴部以降の部分（単結晶全体）の成長を終了させてもよい。

単結晶成長終了後の結晶用シリコン原料の補充工程と、その後のチョコラルスキー法によるシリコン単結晶の再成長工程とは、それぞれ順次1回ずつ行っても、複数回繰り返してもよい。

[0021] 請求項3に記載の発明は、石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を充填して熔融し、その熔融液に浸漬した種結晶を回転させながら引き上げて、該種結晶の下方に直径が一定の直胴部を有したシリコン単結晶を成長させるチョコラルスキー法によるシリコン単結晶成長方法において、前記石英ルツボは、外径が一定した周壁部と、該周壁部の下方に配置されて外面が所定の曲率半径を有する膨出形状の底部とを、該底部の外面の曲率半径より外面の曲率半径が小さい膨出形状のコーナー部により

分離不能に連結した容器で、前記熔融液の液面が前記周壁部の領域に存在する状態で前記シリコン単結晶の成長を開始し、前記熔融液の液面が、縦断面視して円弧状の前記コーナー部の中間位置に達する前に、前記シリコン単結晶の前記直胴部の成長を終了するシリコン単結晶成長方法である。

[0022] 請求項3に記載の発明によれば、熔融液の液面が周壁部の領域に存在する状態でチヨクラスキー法によるシリコン単結晶の成長を開始する。その後、熔融液の液面が、縦断面視して円弧状のコーナー部の中間位置に達する前に、シリコン単結晶の直胴部の引き上げを終了する。これにより、シリコン単結晶の有転位化を抑制し、この有転位化を原因としたシリコン単結晶製造の歩留まりの低下を防止できる。しかも、請求項1の場合（熔融液の液面がコーナー部に達する前に直胴部の成長を終了する場合）に比べて、1回の引き上げ作業で得られるシリコン単結晶を長大化可能である。その分、引き上げ後の石英ルツボ内の熔融液の残量が減り、シリコン単結晶製造の歩留まりを大きくできる。前記シリコン単結晶の長大化は、結晶引き上げの終了時の液面位置を、石英ルツボの周壁部とコーナー部の境界からコーナー部の中間位置に達する前までの領域とした際に実現される。

[0023] 「縦断面視」とは、直胴部の中心線（シリコン単結晶の引き上げ成長の中心軸）を含む垂直面で石英ルツボを切断し、その切断面を正面視することをいう。

「熔融液の液面が、縦断面視して円弧状のコーナー部の中間位置に達する前に、シリコン単結晶の直胴部の成長を終了する」とは、シリコン単結晶の引き上げが進み、熔融液の液面が、縦断面視してコーナー部の中間位置に達する前に、その直胴部の成長を終了することをいう。

「コーナー部の中間位置」とは、石英ルツボの高さ方向におけるコーナー部の中間位置とは異なる。すなわち、石英ルツボを縦断面視した際、コーナー部は左右一対の円弧状の部材として現れるが、コーナー部の内周面において、その円弧の中間長さ位置を、「縦断面視して円弧状のコーナー部の中間位置」という。

[0024] 請求項4に記載の発明は、前記シリコン単結晶の成長を終了した直後、前記石英ルツボ内に前記結晶用シリコン原料を補充し、それから前記チヨクラスキー法でのシリコン単結晶の成長を再び行うとともに、前記熔融液の液面が、縦断面視して円弧

状の前記コーナ一部の中間位置に達する前までに前記シリコン単結晶の前記直胴部の成長を終了するという工程を、1回または2回以上繰り返す請求項3に記載のシリコン単結晶成長方法である。

- [0025] 請求項3に記載されたシリコン単結晶の有転位化防止策を講じれば、引き上げ可能なシリコン単結晶が従来に比べて短くなり、シリコン単結晶の生産性が低下する。そこで、これを解消するため、請求項4に記載の発明によれば、シリコン単結晶の成長終了の直後、石英ルツボに結晶用シリコン原料を補充し、それからチョクラルスキー法によるシリコン単結晶の成長を再開する。これにより、単に請求項3の有転位化の防止策を講じた場合に比べて、この防止策を原因としたシリコン単結晶の短尺化に伴うシリコン単結晶の生産性の低下や、熔融液のルツボ内残量の増加に伴う歩留まりの低下を防止できる。

発明の効果

- [0026] 請求項1に記載の発明によれば、熔融液の液面が周壁部の領域に存在する状態でシリコン単結晶の成長を開始し、その後、熔融液の液面がコーナ一部に達する前にシリコン単結晶の直胴部の成長を終了する。これにより、シリコン単結晶の有転位化を抑制し、有転位化を原因としたシリコン単結晶製造の歩留まりの低下を防止できる。
- [0027] 請求項2に記載の発明によれば、シリコン単結晶(全体)の成長の終了直後、石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を補充し、シリコン単結晶の成長を再開する。これにより、請求項1の有転位化の防止策を講じた場合に比べて、有転位化の防止策を原因としたシリコン単結晶の短尺化に伴うシリコン単結晶の生産性の低下および熔融液のルツボ内残量の増加に伴う歩留まりの低下を防止できる。
- [0028] 請求項3に記載の発明によれば、熔融液の液面が周壁部の領域に存在する状態でシリコン単結晶の成長を開始し、その後、熔融液の液面が、縦断面視して円弧状のコーナ一部の中間位置に達する前に、直胴部の成長を終了する。これにより、シリコン単結晶の有転位化を抑制し、この有転位化を原因としたシリコン単結晶製造の歩留まりの低下を防止できる。しかも、請求項1に記載の発明の場合に比べて、1回のシリコン単結晶の引き上げ作業で得られるシリコン単結晶が長大化する。これにより、

この長大化した分だけ、シリコン単結晶製造の歩留まりを大きくすることができる。

- [0029] 請求項4に記載の発明によれば、シリコン単結晶の成長の終了直後、石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を補充し、それからシリコン単結晶の成長を再開する。これにより、請求項3の有転位化の防止策を講じた場合に比べて、この防止策を原因としたシリコン単結晶の短尺化に伴うシリコン単結晶の生産性の低下および熔融液のルツボ内残量の増加に伴う歩留まりの低下を防止できる。

図面の簡単な説明

- [0030] [図1]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法を実施する結晶成長装置の縦断面図である。
- [図2]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法を実施する結晶成長装置に組み込まれた石英ルツボの縦断面図である。
- [図3a]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法の原料投入工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図3b]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法の原料熔融工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図3c]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法のシーディング工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図3d]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法のシリコン単結晶の引き上げ工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図3e]この発明の実施例1に係る単結晶成長方法のシリコン単結晶の引き上げ終了状態を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図4]この発明の実施例1に係る別の単結晶成長方法を実施する結晶成長装置に組み込まれた石英ルツボの縦断面図である。
- [図5a]この発明の実施例2に係る単結晶成長方法の原料投入工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図5b]この発明の実施例2に係る単結晶成長方法の原料熔融工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。
- [図5c]この発明の実施例2に係る単結晶成長方法のシーディング工程を示す結晶成

長装置の縦断面図である。

[図5d]この発明の実施例2に係る単結晶成長方法のシリコン単結晶の引き上げ工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。

[図5e]この発明の実施例2に係る単結晶成長方法のシリコン単結晶の引き上げ終了状態を示す結晶成長装置の縦断面図である。

[図5f]この発明の実施例2に係る単結晶成長方法の原料補充工程を示す結晶成長装置の縦断面図である。

[図6]シリコン単結晶成長工程での直胴部の長さ方向の位置における有転位化頻度を示すヒストグラムである。

符号の説明

- [0031] 16 石英ルツボ、
18 周壁部、
19 底部、
20 コーナー部、
26 熔融液、
26a 液面、
30 結晶用シリコン原料、
C 種結晶、
S シリコン単結晶、
S3 直胴部。

発明を実施するための最良の形態

- [0032] 以下、この発明の実施例を具体的に説明する。まず、図1～図4を参照して、実施例1に係るシリコン単結晶成長方法を説明する。ここでは、直径300mmのシリコン単結晶Sの製造を例とする。

実施例 1

- [0033] 図1において、10はこの発明の実施例1に係るシリコン単結晶成長方法で用いられる結晶成長装置である。この結晶成長装置10は、中空円筒形状のチャンバ11を備えている。チャンバ11は、メインチャンバ12と、メインチャンバ12上に連設固定され、

かつメインチャンバ12より小径なプルチャンバ13とからなる。メインチャンバ12内の中心部には、ルツボ14が、回転および昇降が可能な支持軸(ペディスタル)15の上に固定されている。ルツボ14は、内側の石英ルツボ16と外側の黒鉛ルツボ17とを組み合わせた二重構造である。このうち、石英ルツボ16は、外径が一定した周壁部18と、周壁部18の下方に配置され、外面が所定の曲率半径(周壁部の外径の100%)で膨出形状の底部19とを、底部19の外面の曲率半径より外面の曲率半径(周壁部の外径の20%)が小さい膨出形状のコーナー部20を介して分離不能に連結したものである(図2)。

[0034] ルツボ14の外側には、加熱抵抗式のヒータ21が周壁部18と同心円状に配置されている。ヒータ21の外側には、円筒状の保温筒22がメインチャンバ12の内面に沿って配置されている。メインチャンバ12の底面上には、円形の保温板23が配置されている。メインチャンバ12の外側には、水平磁場を形成するため、一对の超電導磁石24が対向設置されている。

ルツボ14の中心軸上には、支持軸15と同一軸心で回転および昇降が可能な引き上げ軸25が、プルチャンバ13を通して吊設されている。引き上げ軸25の下端には、種結晶Cが装着されている。

[0035] 次に、図3a～図3eを参照し、この結晶成長装置10を用いたシリコン単結晶成長方法を具体的に説明する。

ルツボ14内に、結晶用シリコン原料30および不純物としてのボロンを投入する(図3a)。チャンバ11内を25Torrに減圧し、不活性ガスとして100L/minのArガスを導入する。次に、ルツボ14内の投入物をヒータ21により溶解し、ルツボ14内で熔融液26とする(図3b)。このとき(シリコン単結晶Sの成長開始時)の熔融液26の量は、その液面26aが、石英ルツボ16の周壁部18の領域に存在する量とする。具体的には、周壁部18の上部領域に液面26aが配置される量である(図2の二点鎖線)。次に、引き上げ軸(ワイヤでも可能)25の下端の種結晶Cを熔融液26に浸漬し(図3c)、ルツボ14および引き上げ軸25を互いに逆方向へ回転させつつ、引き上げ軸25を軸方向に引き上げ、種結晶Cの下方にシリコン単結晶Sを成長させる(図3d)。

[0036] この成長過程では、まず絞り工程により転位が除去され、ネック部S1が形成される

。絞り工程に続く増径工程では増径部S2が形成され、その増径停止により直胴部S3の形成が開始される。このとき、磁場印加の有無や製品となるシリコン単結晶の酸素濃度等の品質が所望のものになるように、印加磁場の強度や引き上げ軸25の回転速度、ルツボ14の回転速度を設定、調整する。ここでは、磁場を0.4テスラ、引き上げ軸25の回転速度を10rpm、ルツボ14の回転速度を0.1rpmとし、ネック部S1を作製する。その後、ヒータ21の電力と引き上げ軸25の上昇速度を変化させ、上向きコーン形状の増径部S2を形成する。増径部S2の直径が所定径(295mm)に達した時点で、さらにヒータ21の電力と引き上げ軸25の上昇速度を変化させる。その後、直胴部S3の引き上げへ移行し、同様にヒータ21の電力と引き上げ軸25の上昇速度を調整し、直胴部S3を形成する。

[0037] 直胴部S3の引き上げ中、引き上げ軸25の上方に配置された重量検知器、または、結晶Sの直径計測手段と位置検知器とから求められた結晶重量もしくはその重量を換算した直胴長が、予め設定された重量や直胴長に達した時点で、ヒータ21の電力を調整する。これにより、下向きコーン形状の減径部S4を徐々に形成し(図3e)、最終的に下向きコーンの頂点でシリコン単結晶Sの成長が終了する。直胴長は、例えば500~2000mmである。

シリコン単結晶Sの直胴部S3を含む単結晶全体の成長終了位置は、液面26aがコーナー部20に達する前である。具体的には、単結晶全体の成長の終了位置を、周壁部18とコーナー部20との環状の境界線L1より10mmだけ上方としている(図2)。その結果、シリコン単結晶Sの有転位化を抑制し、この有転位化を原因としたシリコン単結晶製造の歩留まりの低下を防止できる。

[0038] また、液面26aが、石英ルツボ16を縦断面視して、周側部18とコーナー部20との境界線L1を通過し、コーナー部20の中間位置L2に達する前に、少なくとも直胴部S3(単結晶全体でも可能)の成長を終了させてもよい(図4)。これにより、液面26aが前述したコーナー部20に達する前までの場合より効果は劣るものの、シリコン単結晶Sの有転位化を抑制することができる。しかも、液面26aがコーナー部20に達する前にシリコン単結晶Sの成長を終了させる場合に比べて、1回のシリコン単結晶Sの引き上げで得られるシリコン単結晶Sの長大化が図れる。その分、引き上げ後の石英ルツ

ボ16内の熔融液26の残量が減り、シリコン単結晶製造の歩留まりを大きくすることができる。

[0039] 次に、図5a～図5fを参照して、この発明の実施例2に係るシリコン単結晶成長方法を説明する。

実施例2に係るシリコン単結晶成長方法の特徴は、以下の通りである。シリコン単結晶Sの成長直後、石英ルツボ16内に結晶用シリコン原料30を補充する。その後、チョクラスキー法でのシリコン単結晶Sの成長を再開し、液面26aがコーナー部20に達する前までに、シリコン単結晶Sの成長を終了する。そして、これらの工程を所定回数繰り返す。

[0040] 以下、図5a～図5fを参照し、実施例2を具体的に説明する。

ルツボ14内に結晶用シリコン原料30および不純物としてのボロンを投入する(図5a)。次に、チャンバ11内を25Torrに減圧し、100L/minのArガスを導入する。その後、ヒータ21によりルツボ14内の投入物を溶解し、熔融液26を形成する(図5b)。このときの熔融液26の量は、液面26aが石英ルツボ16の周壁部18の領域に達する量である。それから、引き上げ軸25の下端の種結晶Cを熔融液26に浸漬する(図5c)。次に、ルツボ14および引き上げ軸25を回転させつつ、引き上げ軸25を軸方向に引き上げ、種結晶Cの下方にシリコン単結晶Sを成長させる(図5d)。この成長過程では、ネック部S1、増径部S2、直胴部S3、減径部S4が順次形成され、シリコン単結晶Sの成長が終了する(図5e)。直胴部S3を含む単結晶全体の成長の終了位置は液面26aがコーナー部20に達する直前(周壁部18とコーナー部20との境界線L1より上方)である。

[0041] 次に、プルチャンバ13内からシリコン単結晶Sを取り出し、その後、石英ルツボ16内に結晶用シリコン原料30を補充する(図5f)。それから、チョクラスキー法でのシリコン単結晶Sの成長を再開する(図5b～図5f)。

結晶用シリコン原料30の補充は、プルチャンバ13内で引き上げ軸25により吊り下げられたシリコン補充器31により行われる。シリコン補充器31は、下端面の全域が開口され、かつ上端部の外回りにフランジ32が形成された縦長の円筒ケーシング33と、円筒ケーシング33の開口部を開閉可能な円錐蓋34と、円錐蓋34の頂上部に下端

部が固定され、上端部が円筒ケーシング33の上端面の中央部に形成された挿通孔を通過して上方へ突出した開閉棒35とを有している。開閉棒35の上端は、前記引き上げ軸25の下端に連結されている。

[0042] 円筒ケーシング33には、結晶用シリコン原料30の塊が充填され、この状態で円筒ケーシング33の開口部を円錐蓋34が塞ぐ。すなわち、結晶用シリコン原料30の重さで、円錐蓋34を押し下げようとする力が作用する。しかしながら、結晶用シリコン原料30の重さは、開閉棒35を介して、引き上げ軸25が支持している。そのため、誤って円錐蓋34が開き、結晶用シリコン原料30が石英ルツボ16内へ落下するおそれはない。

結晶用シリコン原料30の投入操作時には、引き上げ軸25を下げて行く。これにより、プルチャンバ13内でシリコン補充器31が徐々に下降し、フランジ32が、メインチャンバ12とプルチャンバ13とが連結される小径部に引っ掛かる。その後も引き上げ軸25を下降させることで、円錐蓋34のみが下降する。これにより、円筒ケーシング33の開口部が開き、結晶用シリコン原料30がルツボ14へ投入される。次に、引き上げ軸25を引き上げ、シリコン補充器31をプルチャンバ13から取り出し、シリコン単結晶Sの成長を再開する(図5b以降)。

[0043] このように、シリコン単結晶S(全体)の成長の終了直後、ルツボ14内に結晶用シリコン原料30を補充し、それからシリコン単結晶Sの成長を再開する。その結果、有転位化の防止策を講じて生じたシリコン単結晶Sの短尺化に伴うシリコン単結晶Sの生産性の低下や、熔融液のルツボ内残量の増加に伴う歩留まりの低下を防止できる。歩留まりの低下を防げる理由は、図5a～図5fを繰り返した後、最終となるシリコン単結晶Sの成長を停止してから、石英ルツボ16に残った熔融液26の量が、1回目の引き上げ時に残った液量と略同じになるためである。

なお、この最終のシリコン単結晶Sの成長は、従来と同じように石英ルツボ16内の熔融液26の略全てを使用し、従来品と同程度の長さ(例えば約1000mm)のシリコン単結晶Sを引き上げてもよい。こうすれば、シリコン単結晶Sの後端部(下端部)で有転位化が発生するリスクは従来品と同程度であるものの、引き上げ量が増加した分だけ歩留まりが高まる可能性もある。

[0044] 以下、単結晶成長の終了位置を、熔融液の液面がコーナー部に達する前とした理由を、図6のヒストグラムを参照して説明する。ここでは、直径300mmのシリコン単結晶を、実施例1のものと同形状の石英ルツボを使用し、石英ルツボ内の熔融液の全てを使用して成長させ、単結晶成長の後半部分のみでシリコン単結晶に有転位化が発生する場合を例とする。

ヒストグラムの縦軸は、結晶成長後半のシリコン単結晶の有転位化発生頻度である。また、ヒストグラムの横軸は、シリコン単結晶の直胴部の成長に関して、直胴部の長さ方向における有転位化発生位置である。横軸の各数値は、直胴部の上端位置(成長開始位置)を0%、直胴部の下端位置(成長終了位置)を100%としたときの数値である。例えば、45~50%とは、直胴部の上端位置を基準として直胴部の全長の45~50%の領域を示す。

[0045] 図6のヒストグラムから明らかなように、有転位化発生頻度はシリコン単結晶の引き上げの進行とともに略増加することが判明した。また、有転位化の発生頻度は、シリコン単結晶の直胴長(直胴部の長さ(全長))の55%の位置を超えたところで、著しく高くなった(図6中のA部分)。55%の位置は、熔融液の液面が石英ルツボのコーナー部に達した位置であった。

さらに、有転位化の発生頻度は、シリコン単結晶の直胴長の70%の位置を超えたところで、もう一度、顕著に高まった(図6中のB部分)。70%の位置は、熔融液の液面が、石英ルツボを縦断面視して円弧状のコーナー部の中間位置に達した位置であった。

[0046] 従って、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の成長においては、熔融液の液面位置が石英ルツボのコーナー部の中間位置に達する前に成長を終了すれば、有転位化による製品化できない部位の発生を低減可能なことが判明した。一方、熔融液の液面位置が石英ルツボのコーナー部に達する前に成長を終了すれば、有転位化による製品化できない部位の発生をさらに低減できることがわかった。

産業上の利用可能性

[0047] この発明は、MPU等のプロセッサ、DRAMやFlash Memory等のメモリーデバイス、IGBT等のパワーデバイスなどの基板となるシリコンウェーハを得るために有

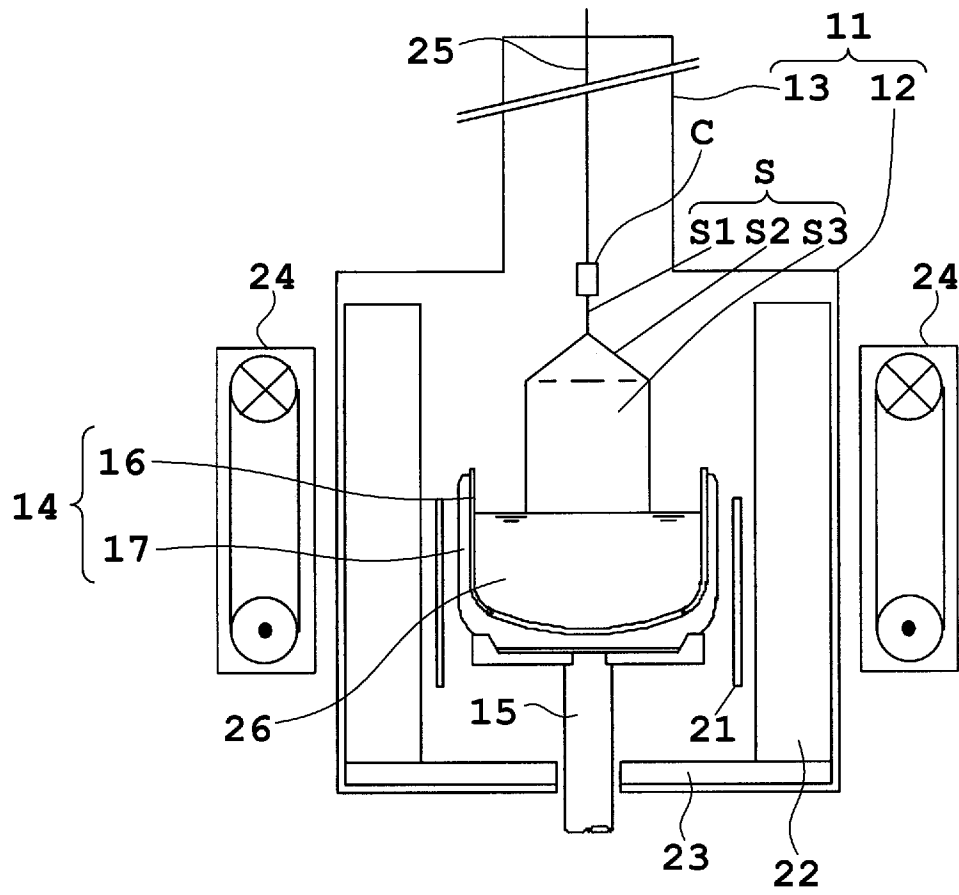
用である。

請求の範囲

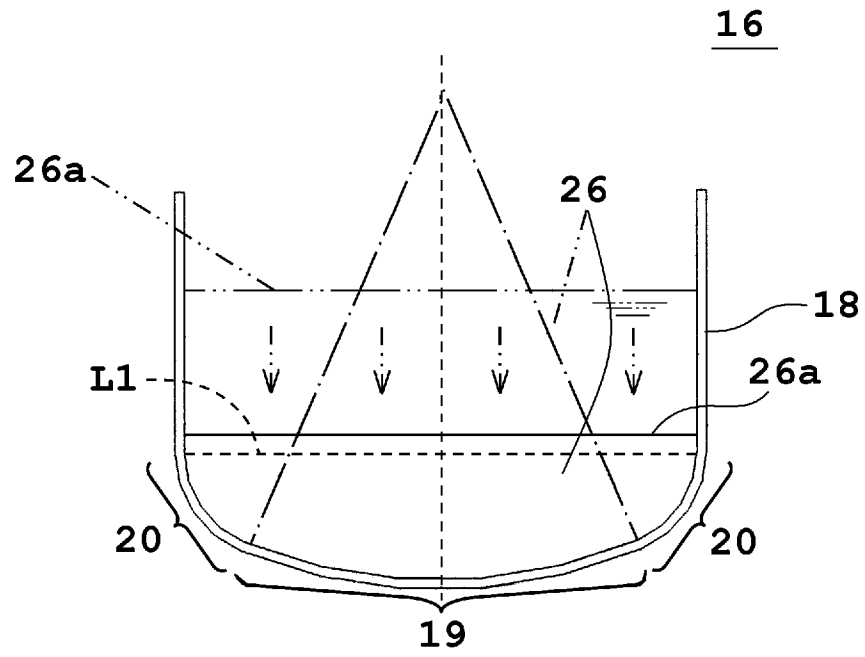
- [1] 石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を充填して溶融し、その溶融液に浸漬した種結晶を回転させながら引き上げて、該種結晶の下方に直径が一定の直胴部を有したシリコン単結晶を成長させるチョクラルスキー法によるシリコン単結晶成長方法において、
- 前記石英ルツボは、外径が一定した周壁部と、該周壁部の下方に配置されて外面が所定の曲率半径を有する膨出形状の底部とを、該底部の外面の曲率半径より外面の曲率半径が小さい膨出形状のコーナー部により分離不能に連結した容器で、
- 前記溶融液の液面が前記周壁部の領域に存在する状態で前記シリコン単結晶の成長を開始し、前記溶融液の液面が前記コーナー部に達する前に、前記シリコン単結晶の前記直胴部の成長を終了するシリコン単結晶成長方法。
- [2] 前記シリコン単結晶の成長を終了した直後、前記石英ルツボ内に前記結晶用シリコン原料を補充し、それから前記チョクラルスキー法でのシリコン単結晶の成長を再び行うとともに、前記溶融液の液面が前記コーナー部に達する前までに前記シリコン単結晶の直胴部の成長を終了するという工程を、1回または2回以上繰り返す請求項1に記載のシリコン単結晶成長方法。
- [3] 石英ルツボ内に結晶用シリコン原料を充填して溶融し、その溶融液に浸漬した種結晶を回転させながら引き上げて、該種結晶の下方に直径が一定の直胴部を有したシリコン単結晶を成長させるチョクラルスキー法によるシリコン単結晶成長方法において、
- 前記石英ルツボは、外径が一定した周壁部と、該周壁部の下方に配置されて外面が所定の曲率半径を有する膨出形状の底部とを、該底部の外面の曲率半径より外面の曲率半径が小さい膨出形状のコーナー部により分離不能に連結した容器で、
- 前記溶融液の液面が前記周壁部の領域に存在する状態で前記シリコン単結晶の成長を開始し、前記溶融液の液面が、縦断面視して円弧状の前記コーナー部の中間位置に達する前に、前記シリコン単結晶の前記直胴部の成長を終了するシリコン単結晶成長方法。
- [4] 前記シリコン単結晶の成長を終了した直後、前記石英ルツボ内に前記結晶用シリ

コン原料を補充し、それから前記チョクラスキー法でのシリコン単結晶の成長を再び行うとともに、前記熔融液の液面が、縦断面視して円弧状の前記コーナー部の中間位置に達する前までに前記シリコン単結晶の前記直胴部の成長を終了するという工程を、1回または2回以上繰り返す請求項3に記載のシリコン単結晶成長方法。

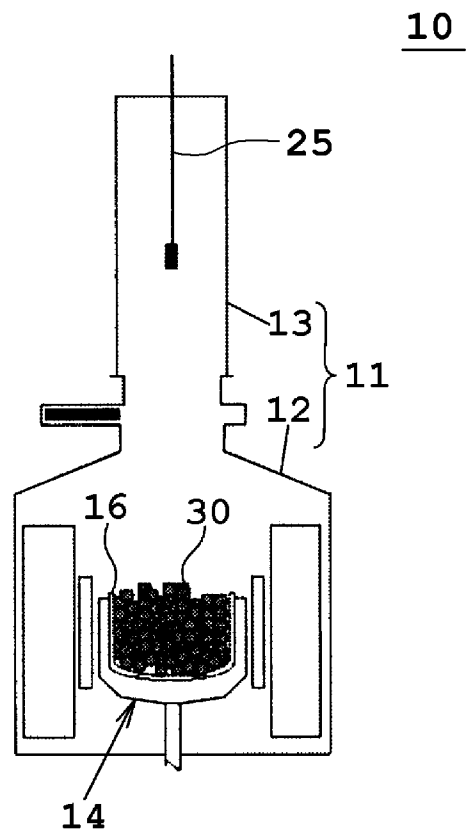
[図1]

10

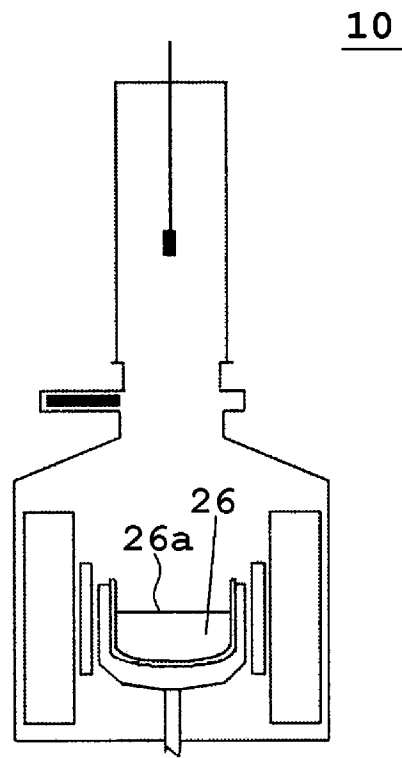
[図2]



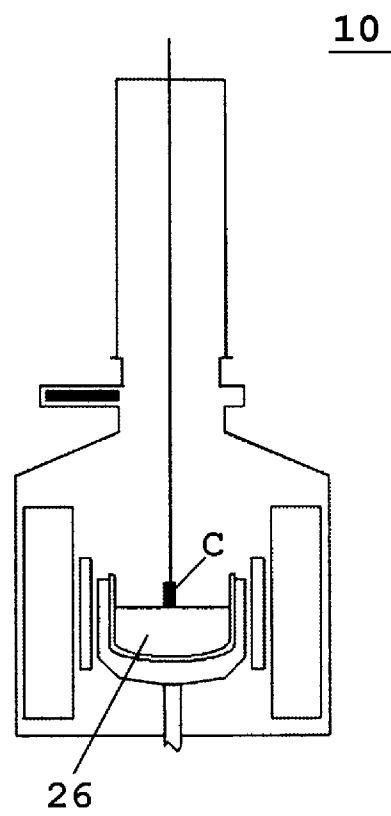
[図3a]



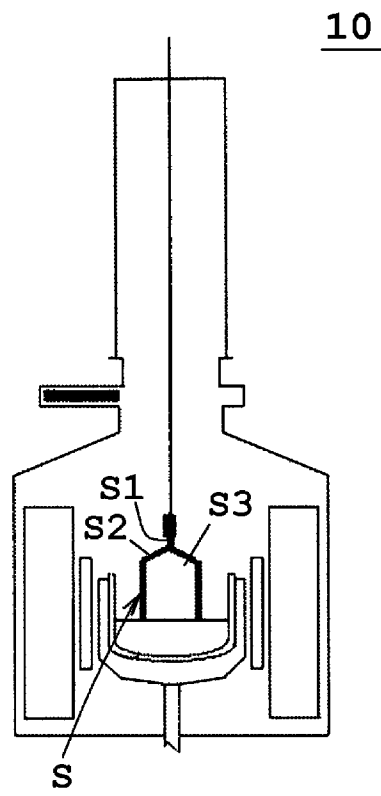
[図3b]



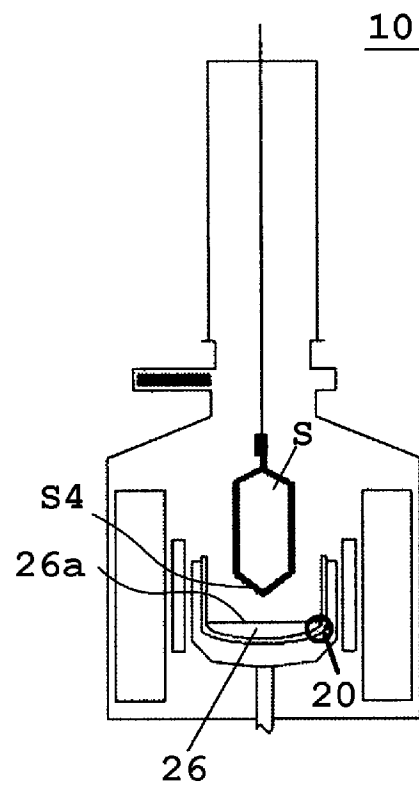
[図3c]



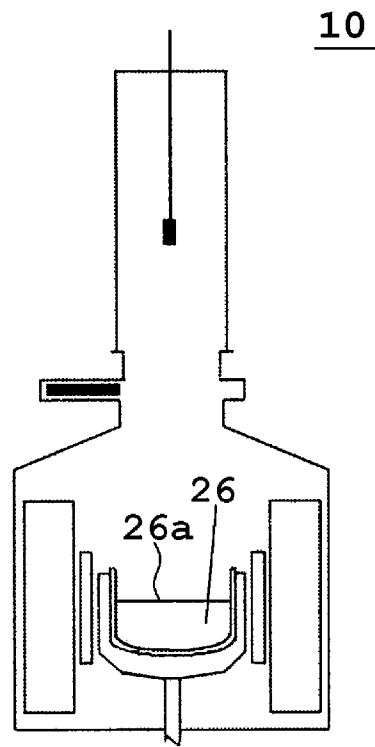
[図3d]



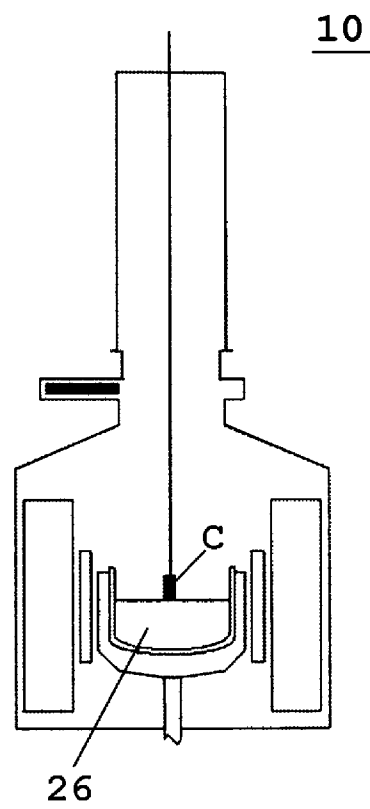
[図3e]



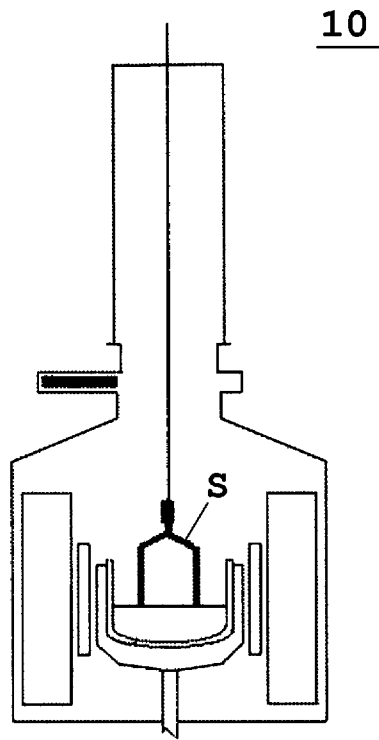
[図5b]



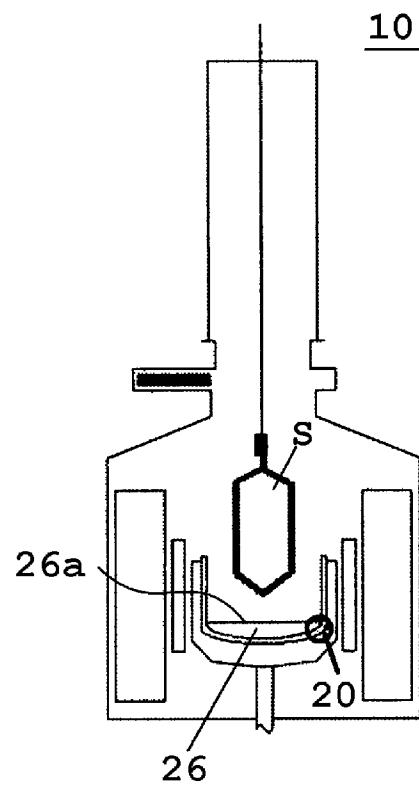
[図5c]



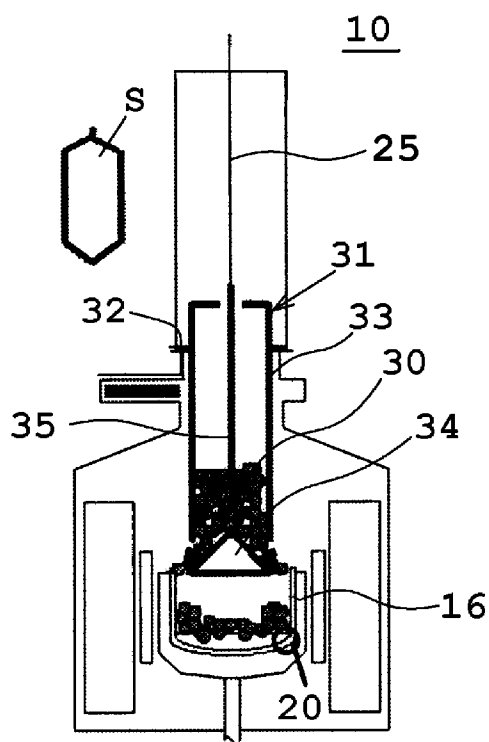
[図5d]



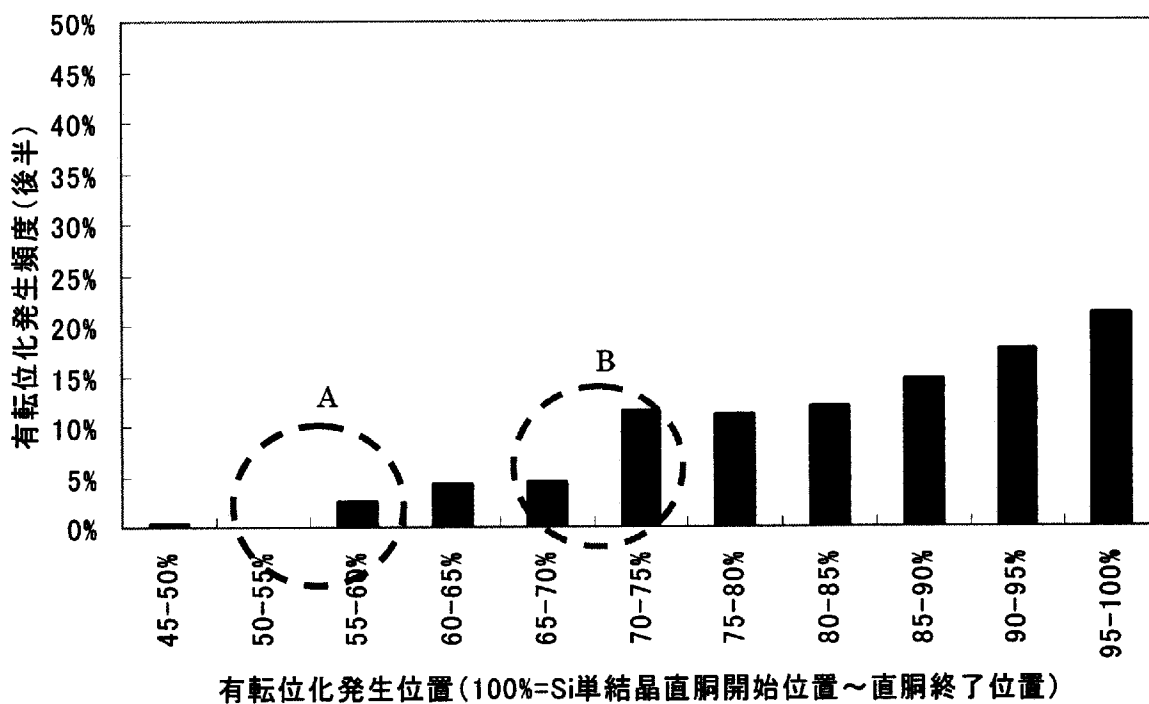
[図5e]



[図5f]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2009/052484

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C30B29/06(2006.01) i, C30B15/20(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, C30B15/20

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 Y	JP 2000-016893 A (Mitsubishi Materials Silicon Corp.), 18 January, 2000 (18.01.00), Par. Nos. [0002], [0003], [0013]; Fig. 1 (Family: none)	1, 3 2, 4
X Y	WO 2001/092610 A1 (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 06 December, 2001 (06.12.01), Page 1, lines 21 to 25; Fig. 3 (Family: none)	1, 3 2, 4
Y	JP 2001-122695 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 08 May, 2001 (08.05.01), Claim 4; Par. No. [0022] (Family: none)	2, 4

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 21 April, 2009 (21.04.09)	Date of mailing of the international search report 19 May, 2009 (19.05.09)
--	---

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

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, C30B15/20(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, C30B15/20

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 Y	JP 2000-016893 A (三菱マテリアルシリコン株式会社) 2000.01.18, 【0002】、【0003】、【0013】、図1 (ファミリーなし)	1, 3 2, 4
X Y	WO 2001/092610 A1 (信越半導体株式会社) 2001.12.06, 第1頁第21行-第25行、図3 (ファミリーなし)	1, 3 2, 4
Y	JP 2001-122695 A (住友金属工業株式会社) 2001.05.08, 請求項4、【0022】 (ファミリーなし)	2, 4

☐ 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

21.04.2009

国際調査報告の発送日

19.05.2009

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