(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4147606号
(P4147606)

(45)発行日　平成20年9月10日(2008.9.10)　(24)登録日　平成20年7月4日(2008.7.4)

(51)Int.Cl.		F I		
C30B 29/06	(2006.01)	C30B	29/06	A
C30B 15/00	(2006.01)	C30B	15/00	Z
H01L 21/02	(2006.01)	H01L	21/02	B

請求項の数 2　(全 9 頁)

(21)出願番号　特願平10-62283
(22)出願日　平成10年2月25日(1998.2.25)
(65)公開番号　特開平11-240792
(43)公開日　平成11年9月7日(1999.9.7)
審査請求日　平成16年12月24日(2004.12.24)

(73)特許権者　302006854
株式会社ＳＵＭＣＯ
東京都港区芝浦一丁目２番１号
(74)代理人　100103481
弁理士　森　道雄
(72)発明者　木崎　信吾
佐賀県杵島郡江北町大字上小田２２０１番地　住友シチックス株式会社内
(72)発明者　久保　高行
佐賀県杵島郡江北町大字上小田２２０１番地　住友シチックス株式会社内
(72)発明者　堀井　淳二
佐賀県杵島郡江北町大字上小田２２０１番地　住友シチックス株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】シリコンウエーハ及び結晶育成方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
ＣＺ法を用い、引き上げ速度を最大値の７０％以下にしてＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置より内側に生じるか若しくは結晶中心部で消滅させ、且つ育成中のシリコン単結晶の外周側に配置される逆錐状の熱遮蔽部材の厚みを下端部で厚くすることにより、熱遮蔽部材の下端部を通過するリコン単結晶の冷却速度を熱遮蔽部材の他の部分を通過するリコン単結晶の冷却速度より大きくして育成されたシリコンウエーハであり、
且つ転位クラスタの平均粒度が１００μｍ以下であることを特徴とするシリコンウエーハ。
【請求項２】
ＣＺ法を用いてシリコン単結晶を育成する結晶育成方法において、結晶温度が１３００℃以上の高温部分で結晶外周部と結晶中心部の温度勾配差が０．５℃／ｍｍ以上となるように育成結晶の固液界面近傍を冷却し、且つ引き上げ速度を最大値の７０％以下にしてＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置より内側に生じるか、若しくは結晶中心部で消滅する、条件で引き上げを行うことを特徴とする結晶育成方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、半導体デバイスの素材として使用されるシリコンウエーハ及びそのウエーハを製造するための結晶育成方法に関する。

【０００２】
【従来の技術】
半導体デバイスの製造に使用されるシリコンウエーハは、主にＣＺ法により育成された単結晶から採取される。ＣＺ法とは、周知の如く、石英坩堝内に収容されたシリコンの原料融液に種結晶を漬け、種結晶及び石英坩堝を逆方向に回転させながら種結晶を引き上げることにより、その下にシリコンの単結晶を育成する方法である。
【０００３】
このようなＣＺ法による育成プロセスを経て製造されるシリコンウエーハでは、デバイスチップの集積度向上に伴うチップ面積の拡大により大径化が急速に進んでおり、現在１２インチ結晶でのデバイスプロセスの実操業化が進められている。
【０００４】
このウエーハの大径化により、デバイスの歩留りは上がるが、一方では強度の問題が以前にも増して重要になってきている。特に、デバイスプロセスにおける酸化膜付けなどの熱処理プロセスにおいては、シリコンウエーハの熱による降伏応力の低下やウエーハの自重による力、ウエーハ面内の温度不均一による熱応力などが組み合わさってスリップが発生するなどの問題がある。このスリップ発生は、ウエーハ径が増大するほど顕著になり、デバイスのウエーハ単位の歩留りを低下させる原因になることは周知のとおりである。
【０００５】
大径ウエーハでのスリップの発生を防止するためには、熱処理条件やウエーハ保持方法などを改良し、応力の集中が起こらないようにすることが必要である。また、ウエーハそのものの強度を上げることも重要である。
【０００６】
【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、応力集中を緩和する対策の場合、熱処理中のガス流れの問題やや熱処理炉の構造上の問題などがあり、決定的な対策は存在しないのが現状である。
【０００７】
一方、ウエーハそのものの強度を上げる対策については、厚さを厚くするのが有効である他、酸素、炭素、Ｂ等の不純物が強度を向上させることが知られている。しかし、ウエーハの厚みを厚くする方法は、自重を増大させる問題と、単結晶インゴットから採取されるウエーハの歩留りを低下させる問題があるために、現実的な対策とは言えない。不純物の添加については、製品における不純物規格との関係や結晶欠陥の問題などにより添加量が厳しく制限されるために、これも又、決定的な解決策にはなり得ない。
【０００８】
本発明の目的は、厚みを厚くすることなく、且つデバイスの電気的特性及び歩留りに悪影響を及ぼすことなく、高強度を確保することができるシリコンウエーハ及びそのウエーハを製造するための結晶育成方法を提供することにある。
【０００９】
【課題を解決するための手段】
ところで、ＣＺ法による育成プロセスを経て製造されるシリコンウエーハでは、熱酸化処理を受けたときに、ＯＳＦリングと呼ばれるリング状の酸化誘起積層欠陥を生じることが知られている。ＯＳＦリングはそれ自体が半導体素子の特性を劣化させる原因になるだけでなく、リングの外側と内側では物性が異なり、ＯＳＦリングの外側には格子間原子の凝集が原因とされる転位クラスタが発生するが、ＯＳＦリングの内側は比較的健全とされている。一方、このＯＳＦリングについては、引き上げ速度が速くなるに連れて単結晶の外周側へ移動することが知られている。
【００１０】
このような事情から、これまでは、ＯＳＦリングが、デバイス形成の際に有効部から除外される結晶最外周部に分布するような高速引き上げ条件で単結晶の育成が行われている。
【００１１】
しかし、ＯＳＦリングの内側にも問題がないわけではない。この部分には空孔の凝集が原

因とされる空孔クラスタが発生している。この欠陥は、ウエーハの表面をエッチングすると小さなピットとなって現れるが、非常に小さなため、これまでは特に問題視されることはなかった。しかし、近年の著しい集積度の増大に伴ってパターン幅が非常に微細化したため、高グレードの単結晶ではこの空孔クラスタさえも問題になり始めた。

【００１２】

この空孔クラスタは、ウエーハ上にシリコン単結晶の薄膜を成長させた所謂エピタキシャルウエーハには殆ど発生しないが、このウエーハは非常に高価であるため、ＣＺ法による単結晶の引き上げで空孔クラスタの少ない結晶を育成することが要求されるようになり、この観点から、高グレードの結晶育成では、これまでとは逆に引き上げ速度を遅くし、ＯＳＦリングを引き上げ結晶の最外周部より内側に発生させて欠陥部分を中心部に集中させるか、若しくは中心部で消滅させて歩留りの改善を図る低速引き上げ法が考えられている。

【００１３】

しかしながら、この低速引き上げでは、ＯＳＦリング外側での転位クラスタの発生を避けえない。そして、この転位クラスタは、デバイスでの有害欠陥になるおそれがある。このため、低速引き上げでは、ＯＳＦリングの外側に発生する転位クラスタを少なくすることが必要となる。

【００１４】

本発明者らは、以前より低速引き上げでの転位クラスタの発生を抑える研究を続けており、その過程で転位クラスタ、特に微細な転位クラスタは、デバイス特性に悪影響を及ぼすことなく、ウエーハの強度を効果的に高め得ることを知見し、本発明を完成させるに至った。以下に、この研究成果を説明する。

【００１５】

ＣＺ法による結晶育成では、育成結晶の固液界面に熱平衡濃度分だけ空孔と格子間シリコンが取り込まれる。このうち空孔は、引き上げ熱履歴中の温度勾配による坂道拡散により、温度の高い融液側へ移動して行く。また、結晶半径方向の温度分布と結晶表面の空孔の放出により、結晶表面では空孔は低濃度となる。これらのため、空孔の濃度は、温度勾配の小さい結晶中心部で高く、温度勾配の大きい外周部で低い分布となる。

【００１６】

一方、高温部での格子間シリコンは、拡散係数が空孔のそれの１／１００～１／１０００と低いため殆ど動かない。このため、格子間シリコンの濃度は、結晶半径方向で熱履歴によらずほぼ一定となり、ここに空孔と格子間シリコンの濃度差が結晶半径方向で生じる。通常の高速引き上げの場合の空孔濃度分布及び格子間シリコン濃度分布を図１（ａ）に示す。

【００１７】

図１（ａ）から分かるように、空孔の濃度は結晶中心部ほど高くなるのに対し、格子間シリコン濃度は結晶半径方向で一定である。そして温度勾配の小さい結晶中心部では、空孔濃度が格子間シリコン濃度より大となり、その濃度差Ｂが大きくなると、空孔クラスタが発生する。一方、温度勾配の大きい結晶外周部では、格子間シリコン濃度が空孔濃度より大となり、その濃度差Ａが大きくなると、転位クラスタが発生する。

【００１８】

ここで引き上げ速度を低下させると、図１（ｂ）に示すように、高温部の熱履歴が長くなって坂道拡散が促進されるため、空孔濃度が低下する。しかし、結晶半径方向の分布形態は変化しない。このため、結晶中心部では過剰な空孔が減少し、濃度差Ｂが小さくなるが、結晶外周部では過剰な格子間シリコンが増加し、濃度差Ａは大きくなる。結果、結晶の外周から転位クラスタが発生し、その発生位置が通常の発生位置より中心側へ拡大する。

【００１９】

このように、低速引き上げでは、ＯＳＦリング内側の空孔クラスタ発生域が中心部に狭まるが、その一方ではＯＳＦリング外側での転位クラスタの発生が避けられない。しかも、低速の場合は結晶が徐冷され、転位クラスタの成長が促進されるために、転位クラスタは

肥大する。このような巨大な転位クラスタはデバイスで有害な欠陥となる危険性が大きい。

【００２０】

ところが、この転位クラスタも微細であればデバイスでは無害であり、しかも、その微細な転位クラスタは、一方でウエーハ強度を高める作用があり、その微細な転位クラスタが広範囲に分散したウエーハは、高い機械的強度を保有することが、本発明者らによる研究から判明した。これは、過剰な格子間シリコンが存在する単結晶ウエーハでは、その格子間シリコンにより微小転位ループが形成され、これが熱などの応力を吸収又は分散させるためと考えられる。

【００２１】

そして、このような高強度のウエーハを製造するには、結晶育成工程で育成結晶の固液界面近傍を局所的に急冷して、高温部分での外周部と中心部の温度勾配差を０．５℃／ｍｍ以上とすること、及び結晶引き上げ速度をその最大速度の７０％以下として、ＯＳＦリングを結晶径方向の１／２位置より内側に発生させることにより、ＯＳＦリング外側の転位クラスタ発生域を広げることが有効であるとの知見が得られた。

【００２２】

即ち、育成結晶の固液界面近傍を局所的に急冷して、高温部分での外周部と中心部の温度勾配差を０．５℃／ｍｍ以上とすることにより、最大引き上げ速度が増大すると共に、結晶外周部に格子間シリコンを過剰に取り込まれ、しかも、その格子間シリコンの凝集が凍結され、微細な転位クラスタが形成される。そして、その増大した最大引き上げ速度に対し、引き上げ速度を７０％以下に相対低下させることにより、ＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置より内側に発生し、ウエーハ面内の格子間シリコン過剰領域の面積がウエーハ全体の面積の３／４以上となることにより、高強度のウエーハが得られる。

【００２３】

本発明のシリコンウエーハは、上記知見から導き出されたものであり、ＣＺ法を用い、引き上げ速度を最大値の７０％以下にしてＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置より内側に生じるか若しくは結晶中心部で消滅させ、且つ育成中のシリコン単結晶の外周側に配置される逆錐状の熱遮蔽部材の厚みを下端部で厚くすることにより、熱遮蔽部材の下端部を通過するリコン単結晶の冷却速度を熱遮蔽部材の他の部分を通過するリコン単結晶の冷却速度より大きくして育成されたシリコンウエーハであり、且つ転位クラスタの平均粒度が１００μｍ以下であることを構成上の特徴点とする。

【００２４】

また、本発明の結晶育成方法は、ＣＺ法を用いてシリコン単結晶を育成する結晶育成方法において、結晶温度が１３００℃以上の高温部分で結晶外周部と結晶中心部の温度勾配差が０．５℃／ｍｍ以上となるように育成結晶の固液界面近傍を冷却し、且つ引き上げ速度を最大値の７０％以下にしてＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置より内側に生じるか、若しくは結晶中心部で消滅する、条件で引き上げを行うことを構成上の特徴点とする。

【００２５】

転位クラスタの平均粒度とは、育成結晶から採取したウエーハをセコエッチでエッチングした場合に見られる複合ピットの長径の平均値のことである。この平均粒度が１００μｍを超えると、粗大な転位クラスタがスリップの起点等となり、ウエーハ強度が十分に向上しない。また、デバイスではその粗大な転位クラスタが有害欠陥となる。特に好ましい平均粒度は７０μｍ以下である。平均粒度の下限は特に規定しないが、転位クラスタが余りに微細であると、強度向上効果が得られなくなるので、１０μｍ以上が好ましい。

【００２６】

結晶温度が１３００℃以上の高温部分での結晶外周部と結晶中心部の温度勾配差については、これが０．５℃／ｍｍ未満の場合は、転位クラスタが十分に微細化されない。特に好ましい温度勾配差は０．６℃／ｍｍ以上である。

【００２７】

育成結晶の固液界面近傍を局所的に急冷する方法としては、育成中のシリコン単結晶の外周側に配置される逆錐状の熱遮蔽部材の下端部での断熱性能を他の部分での断熱性能よりも強化するのが、簡便性、有効性の点から好ましい。即ち、ＣＺ法による近年の結晶育成では、結晶引き上げ路の外側にコーンと呼ばれる逆錐状の熱遮蔽部材を配置し、引き上げ結晶に外側から入射する熱を途中で遮蔽して結晶の放熱を促進することにより、引き上げ速度を高めることが行われているが、この熱遮蔽部材の下端部での断熱性能を他の部分での断熱性能よりも強化することにより、引き上げ直後の結晶高温部表面への入射熱量が減少し、育成結晶の固液界面近傍が簡易かつ効果的に局所急冷される。

【００２８】

ＯＳＦリングの発生位置については、これが結晶径方向の１／２位置より外側であると、リング外側の転位クラスタ発生域が狭まり、ウエーハ強度が十分に向上しない。また、リング内側の空孔クラスタ発生域が広がり、その空孔クラスタによる品質低下が問題になる。

【００２９】

ＯＳＦリングを結晶径方向の１／２位置より内側に発生させるには、引き上げ速度を最大引き上げ速度の７０％以下に低下させる。なお、最大引き上げ速度は、ここでは育成結晶の最大外径をＤｍａｘとし最小外径をＤｍｉｎとしたとき、（Ｄｍａｘ－Ｄｍｉｎ）／Ｄｍｉｎ×１００％で表される結晶変形率が２％以下となる最大引き上げ速度とする。

【００３０】

【発明の実施の形態】

以下に本発明の実施形態を図面に基づいて説明する。図２は本発明の実施形態に係る結晶育成方法の説明図である。

【００３１】

結晶育成装置は、メインチャンバ１と、その上面中心部に連結されたプルチャンバ２とを備えている。これらは、軸方向を垂直とした略円筒状の真空容器からなり、図示されない水冷機構を有している。メインチャンバ１の内部には、略中央に位置して坩堝３が配置されると共に、坩堝３の外側に位置して円筒状のヒータ４及び保温材５が配置されている。また、坩堝３の上方にはコーンと呼ばれる逆錐状の熱遮蔽部材６が同心状に配置されている。

【００３２】

坩堝３は石英製の内層容器と黒鉛製の外層容器とからなり、図示さない支持軸により回転可能かつ昇降可能に支持されている。坩堝３の上方には、回転式かつ昇降式の引き上げ軸７がプルチャンバ２を通して吊り下げられている。熱遮蔽部材６は、結晶温度が１３００℃以上の高温部分で結晶外周部と結晶中心部の温度勾配差が０．３℃／ｍｍ以上となるように育成結晶の固液界面近傍を局所的に急冷するために、内部全体に断熱材が充填された通常構造の本体６ａの下端部外面に別途断熱材６ｂを取り付けた構造になっている。

【００３３】

結晶育成を行うには先ず、チャンバを解体した状態で、坩堝３内にシリコンの多結晶原料を装填する。次いで、チャンバを組み立て、その内部を真空排気した状態でヒータ４を作動させて、坩堝３内の原料を溶解する。

【００３４】

このようにして、坩堝３内にシリコンの原料融液８が生成されると、引き上げ軸７の下端に装着された種結晶を原料融液８に浸漬し、この状態から坩堝３と引き上げ軸７を逆方向に回転させながら引き上げ軸７を上昇させる。これにより、種結晶の下方にシリコンの単結晶９が育成される。

【００３５】

ここにおける引き上げ速度は、ＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置より内側に生じるか若しくは中心部で消滅するように、最大引き上げ速度の７０％以下とされる。

【００３６】

育成された単結晶９では、低速引き上げにより、ＯＳＦリングが小さくなり、空孔クラス

タの発生領域が結晶中心に制限される。ＯＳＦリングの外側では転位クラスタが発生するものの、その転位クラスタは平均粒度が１００μｍ以下に微細化されている。このため、単結晶９から採取されたウエーハは、高強度で有害欠陥の少ない高品質なものとなる。

【００３７】

【実施例】

次に本発明の実施例を示し、従来例と比較することにより、本発明の効果を明らかにする。

【００３８】

石英坩堝内にシリコンの多結晶原料を１２０ｋｇチャージし溶解して生成した原料融液から、１００方位の８インチ結晶を引き上げる際に、従来例として、従来どおりの熱遮蔽部材を使用した。熱遮蔽部材の下端から融液面までのギャップＧは２０ｍｍとした。引き上げ速度は、ＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置に発生するように、最大引き上げ速度の７０％とした。

【００３９】

一方、本発明の実施例１として、上記熱遮蔽部材の下端部（下端から上方へ４０ｍｍの部分）の外面に全周にわたって断熱材を取り付け、この部分における断熱材の厚みを他の部分における断熱材の厚みの１．５倍にした。引き上げ速度は、ＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置に発生するように、最大引き上げ速度の７０％とした。

【００４０】

また、実施例２，３として、熱遮蔽部材の下端部における断熱材の厚みを他の部分における断熱材の厚みの２倍、２．５倍にした。引き上げ速度は、ＯＳＦリングが結晶径方向の１／２位置に発生するように、最大引き上げ速度の７０％とした。

【００４１】

他方、比較例として、引き上げ速度を最大引き上げ速度の８０％とした。ＯＳＦリングは結晶外周から１／４位置に発生した。熱遮蔽部材は、実施例２と同様に、下端部における断熱材の厚みを他の部分における断熱材の厚みの２倍にした。

【００４２】

各例での最大引き上げ速度、引き上げ速度、結晶温度が１３００℃以上の高温部分での結晶外周部と結晶中心部の温度勾配差、育成結晶から採取した０．８５ｍｍ厚のウエーハにおいて転位クラスタの平均粒度及び降伏応力を調査した結果を表１に示す。また、各例での転位クラスタの粒度分布を調査した結果を図３に示す。

【００４３】

なお、高温部分での温度勾配差は伝熱シミュレーションによる計算及び炉内にシュミレータを配置しての温度測定により求めた。転位クラスタの粒度は育成結晶から採取したウエーハをセコエッチし、光学顕微鏡の倍率１００倍でクラスタピット（複合ピット）の長径を測定することにより調査した。ウエーハの降伏応力は９００℃における測定値である。

【００４４】

比較例を除き、ＯＳＦリングは結晶径方向の１／２位置に発生し、リング外側には同じ広さに転位クラスタが発生したが、本発明の実施例１，２，３では育成結晶の高温部分が、温度勾配差が０．５℃／ｍｍ以上となるように局所急冷されたため、転位クラスタの平均粒度が１００μｍ以下に微細化され、その結果、降伏強度が向上した。

【００４５】

比較例では、育成結晶の高温部分が、温度勾配差が０．５℃／ｍｍ以上となるように局所急冷されたが、ＯＳＦリングがウエーハの外周近くに発生し、格子間シリコンが少なかったため、転位クラスタは発生せず、降伏強度は低かった。

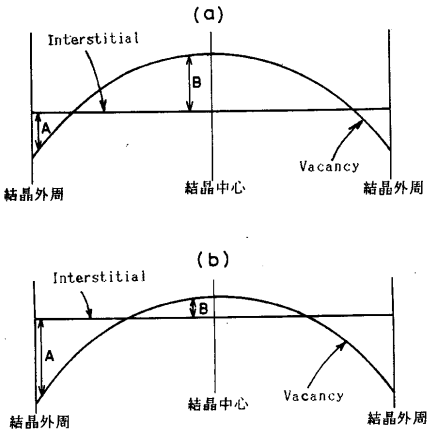
【００４６】

【表１】

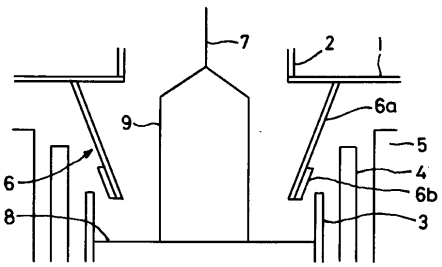
	従来例	実施例１	実施例２	実施例３	比較例
最大引上速度（mm／分）	０．９	０．９５	１．０	１．３	１．０
引上速度（mm／分）	０．６３	０．６６	０．７	０．９１	０．８
温度勾配差（℃／mm）	０．２５	０．５１	０．５８	０．７２	０．６０
平均粒度（μm）	３４９	９２	８０	１７．５	計測不能
降伏応力（MP）	１１	２３．４	２５．２	２８．８	６

【００４７】
【発明の効果】
以上の説明から明らかなように、本発明のシリコンウエーハは、広い範囲に微細化した転位クラスタを有するので、高強度であり、しかも、有害欠陥が少なく高品質である。
【００４８】
また、本発明の結晶育成方法は、高強度で有害欠陥の少ない高品質なシリコンウエーハを簡単かつ安価に製造することができる。
【図面の簡単な説明】
【図１】クラスタの発生理由を説明するための濃度分布図である。
【図２】本発明の実施形態に係る結晶育成方法の説明図である。
【図３】転位クラスタの粒度分布を示す図表である。
【符号の説明】
１　メインチャンバ
２　プルチャンバ
３　坩堝
４　ヒータ
５　保温材
６　熱遮蔽部材
６ａ　本体
６ｂ　断熱材
７　引き上げ軸
８　原料融液
９　単結晶

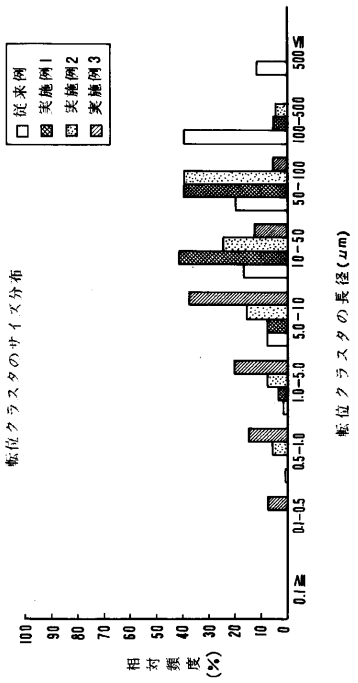
【図１】


(a)
Interstitial
B
A
Vacancy
結晶外周
結晶中心
結晶外周
(b)
Interstitial
B
A
結晶外周
結晶中心
Vacancy
結晶外周

【図２】


7
2
1
9
6a
5
6
4
6b
8
3

【図３】


従来例
実施例1
実施例2
実施例3
転位クラスタのサイズ分布
相対頻度(%)
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
0.1≧
0.1-0.5
0.5-1.0
1.0-5.0
5.0-10
10-50
50-100
100-500
500≦
転位クラスタの長径(μm)

フロントページの続き

審査官　小柳　健悟

(56)参考文献　特開平１１－１０６２８２（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－１９９３８６（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C30B 29/06
C30B 15/00
H01L 21/02