

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-18499

(P2010-18499A)

(43) 公開日 平成22年1月28日(2010.1.28)

(51) Int.Cl.

C3OB 15/20 (2006.01)

C3OB 29/06 (2006.01)

F I

C3OB 15/20

C3OB 29/06 5O2C

C3OB 29/06 A

テーマコード (参考)

4G077

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2008-181649 (P2008-181649)

(22) 出願日 平成20年7月11日 (2008.7.11)

(71) 出願人 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 濱田 建

東京都港区芝浦一丁目2番1号

株式会社SUMCO

内

(72) 発明者 田口 裕章

東京都港区芝浦一丁目2番1号

株式会社SUMCO

内

最終頁に続く

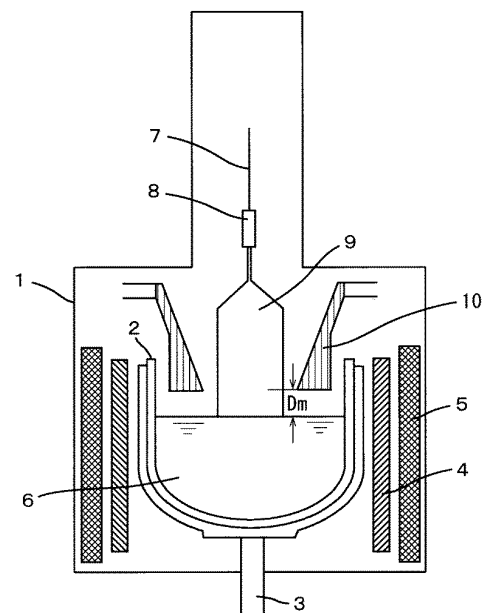
(54) 【発明の名称】 単結晶の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】COP(空洞型欠陥)や転位クラスターなどの結晶欠陥が存在しない単結晶を、効率よく、高い歩留りで製造することができる、チョクラルスキー法による単結晶の製造方法を提供する。

【解決手段】原料溶解後、単結晶の育成に移行する前に行う種結晶なじませ操作完了時のヒーター4温度、原料溶解完了から種結晶8なじませ操作完了までに要した延引時間など、チャンバー1内条件の経時変化に基づき、原料融液6の融液面と該融液面に対向配置された熱遮蔽部材10との距離Dmを変更する。これにより、引き上げの開始直後から結晶内温度勾配を適正に制御して、所望の欠陥領域を有する単結晶9を、効率よく、高い歩留りで製造することができる。

【選択図】図4



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チャンバー内で原料を溶解し、その原料融液からチョクラルスキー法により単結晶を製造する方法において、

前記単結晶を育成する前に、チャンバー内条件の経時変化に基づき、前記原料融液の融液面と該融液面に対向配置された熱遮蔽部材との距離を変更することを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項 2】

前記チャンバー内条件が、チャンバー内に配置されたヒーターの温度である場合、原料溶解後、単結晶の育成に移行する前に行う種結晶なじませ操作完了時のヒーター温度に応じて、前記原料融液の融液面と熱遮蔽部材との距離を変更することを特徴とする請求項 1 に記載の単結晶の製造方法。

10

【請求項 3】

前記チャンバー内条件が、前記原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した延引時間である場合、当該延引時間に応じて前記融液面と熱遮蔽部材との距離を変更することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 4】

前記単結晶が、COP および転位クラスターが存在しない無欠陥領域からなることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、チョクラルスキー法（以下、「CZ法」という）による単結晶の製造方法、特に、半導体デバイスの基板として用いられるシリコンウェーハの素材となるシリコン単結晶の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

シリコン単結晶を製造するには種々の方法があるが、代表的なものとしてCZ法があげられる。CZ法によるシリコン単結晶の製造では、石英ルツボ内のシリコン融液の表面近傍に種結晶を浸漬し、ルツボおよび種結晶を回転させながら、種結晶を上方へ徐々に引き上げるにより、種結晶の下方にシリコンの単結晶を成長させる。

30

【0003】

このようなCZ法によるシリコン単結晶の引上げでは、結晶断面における欠陥分布等が単結晶育成の際の結晶成長速度、即ち引上げ速度（ V ）と、凝固直後の引上げ軸方向の結晶内温度勾配（ G ）に大きく影響されることが知られており、 V/G を所定の値で一定に制御することにより欠陥の少ない無転位の単結晶の製造が可能であると考えられている。引上げ軸方向の結晶内温度勾配 G を制御することは一般に困難であるため、通常は引上げ速度 V を制御している。

【0004】

図1は、CZ法により得られたシリコン単結晶に存在する代表的な欠陥（Grown-in欠陥と称される）の分布状況を説明する図である。この図は、育成直後の単結晶から引上げ軸に垂直な面のウェーハを切り出し、硝酸銅水溶液に浸漬してCuを付着させ、熱処理後X線トポグラフ法により微小欠陥の分布観察を行った結果を模式的に示したものである。なお、Grown-in欠陥とは、単結晶の育成時にその原因が導入され、デバイスの製造過程で顕在化してその性能に大きく影響してくる微細欠陥である。

40

【0005】

また、図2は、単結晶引き上げ時の、引上げ速度と結晶欠陥の発生位置との一般的な関係を説明する図で、引上げ速度を徐々に低下させて育成した単結晶の縦断面における欠陥分布状態を模式的に示す図である。例えば、引上げ速度を徐々に低下させつつ成長させた単結晶を、結晶中心の引上げ軸に沿って切断し、その断面において前記図1と同様な手法

50

で欠陥の分布を調べることにより、図 2 を得ることができる。

【 0 0 0 6 】

前記図 1 は、この図 2 における A の位置、またはこの A の位置に相当する引上げ速度で育成された単結晶から切り出されたウェーハを示したものである。

【 0 0 0 7 】

図 1 に示すように、リング状に分布した酸素誘起積層欠陥（以下、「OSF」 - Oxygen induced Stacking Fault - という）が外径の約 2 / 3 の位置に現れている。そのリングの内側部分には空洞型欠陥（以下、「COP」 - Crystal Originated Particle - という）が検出され、外側には転位クラスター欠陥が存在する領域がある。COP は、単結晶の育成時に、固液界面近傍の結晶格子に取り込まれた空孔が凝集して生じた欠陥であり、転位クラスター欠陥は同じく結晶格子に取り込まれた過剰のシリコン原子（格子間シリコン原子）が凝集して生じた欠陥である。また、OSF は酸化熱処理時に生じる格子間シリコン原子に起因した積層欠陥である。

10

【 0 0 0 8 】

そして、リング状 OSF 発生領域に接してその外側には、酸素析出が活発な酸素析出促進領域があり、さらにその外側の転位クラスター発生領域との間には、酸素析出があまり起きない酸素析出抑制領域がある。これら酸素析出促進領域および酸素析出抑制領域は、いずれも COP や転位クラスターなどの Grown - in 欠陥がきわめて少ない無欠陥領域である。

20

【 0 0 0 9 】

図 1 および図 2 に示すように、引上げ速度を大きくするほど、リング状 OSF の発生領域が外周部へ移動し、最終的には結晶有効部分の外側へ排除される。逆に、引上げ速度を小さくすることにより、リング状の OSF 発生領域が結晶中心部へ移動し、最終的にはその中心部で消滅する。

【 0 0 1 0 】

これらの結晶欠陥はいずれもデバイス特性を劣化させ、あるいは不良原因となるが、COP は、転位クラスターほどの悪影響を及ぼさないことや、生産性向上の効果もあることなどから、従来は、リング状 OSF の発生領域が結晶の外周部に位置するように引上げ速度を速くして、単結晶育成が行われてきた。

30

【 0 0 1 1 】

しかしながら、近年の半導体デバイスの小型化、高集積化に対応してデバイスの微細化が進むに伴い、COP も良品歩留まり低下の大きな原因になり、その発生密度を低減することが重要課題となってきた。そこでこれに対し、引き上げた単結晶の周囲を熱遮蔽部材で取り囲むなど、育成装置のホットゾーンの構造を改良して前述の無欠陥領域を拡大し、ウェーハ全面が無欠陥領域となるようにした単結晶の育成が行われている。

【 0 0 1 2 】

図 3 は、このような改良を施したホットゾーン構造をもつ育成装置により引き上げた単結晶の引上げ軸を含む断面における欠陥分布状態を模式的に示す図である。前記図 2 で示した場合と同様に、引上げ速度を変えて単結晶を育成すると、単結晶内の各欠陥の発生分布は図 3 のように変わる。このようにホットゾーン構造を改良した育成装置により、図 3 の B から C の速度範囲で引き上げ育成を行うと、胴部の大半が無欠陥領域となる単結晶が得られ、Grown - in 欠陥のきわめて少ないウェーハを製造することができる。

40

【 0 0 1 3 】

この図 3 に示した欠陥分布を有する単結晶を製造する方法として、例えば、特許文献 1 では、原料融液の融液面と原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離を変更することにより結晶内温度勾配 G を制御する方法が提案されている。この提案の方法では、所望の欠陥領域、例えば欠陥の存在しない N 領域を有する単結晶を育成するために、引上げ速度 V に依らず、単結晶の成長が進むにつれて原料融液面と遮熱部材との距離を変更して、V / G をほぼ一定に制御する。この方法によれば、引上げ速度 V を低速化させずに効率的に

50

単結晶を育成でき、また単結晶の直径のバラツキも低減できるので、単結晶製造における生産性や歩留まりを向上させることができるとしている。

【 0 0 1 4 】

しかしながら、CZ法に使用される引上げ装置のホットゾーン構造物（ヒーター、断熱材等）は黒鉛系素材で構成されており、使用時間の経過とともに、黒鉛系素材と蒸発するSiO₂などの蒸発物の反応により黒鉛系素材が炭化珪素化して膨張作用を生じたり、蒸発したシリコン酸化物が表面に付着することで輻射率が低下する等、その状態が変化して引上げ軸方向の結晶内温度勾配が変化する。そのため、所望の欠陥分布を有する結晶、特にCOPや転位クラスターが存在しない無欠陥結晶を製造する場合には、この状態変化に応じて、原料融液面と熱遮蔽部材との距離、引上げ速度などの製造条件を適切に調整する必要がある。

10

【 0 0 1 5 】

また、チャンバー内面の輻射率の変化は、例えば引き上げ途中での有転位化の発生など、何らかの理由で引き上げを中断し、育成した単結晶を再溶解（メルトバック）することとなった場合等においては、育成した単結晶を全て溶解する間の長時間にわたってシリコン融液からのシリコン酸化物の蒸発が継続するので、特に顕著に現れる。

【 0 0 1 6 】

さらに、再溶解などにより単結晶の引上げ開始が遅延した場合には、石英ルツボの軟化が進行して石英ルツボが下方に沈み込んでしまい、これにより石英ルツボの厚みが増加し、石英ルツボの内径が減少して原料融液面の高さが変化する問題もある。

20

【 0 0 1 7 】

したがって、所望の欠陥分布を有する結晶、特に無欠陥の結晶を安定して製造するためには、このような、ホットゾーン構造物の経時的な変化も含めたチャンバー内の状態の変化に合わせて、単結晶の引上げ開始前の製造条件を調整する必要がある。

【特許文献1】特開2005-15290号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 8 】

前述のように、所望の欠陥領域を有する単結晶、特に無欠陥結晶を育成しようとするれば、前記図3に示した欠陥分布状態の単結晶が得られるように、引き上げた単結晶の周囲を熱遮蔽部材で取り囲むなど、ホットゾーンの構造を改良した単結晶育成装置を用い、V（引上げ速度）/G（結晶内温度勾配）を所定の値で一定に制御する必要がある。そのために、通常は制御が容易な引上げ速度Vを制御しているが、前掲の特許文献1に記載される単結晶の製造方法では、単結晶の育成中、単結晶の成長量に応じて原料融液の融液面と熱遮蔽部材との距離を変更することによりV/Gを所望の値でほぼ一定に制御する。

30

【 0 0 1 9 】

しかしながら、単結晶の育成中、単結晶の成長量に応じて原料融液面と熱遮蔽部材との距離と引上げ速度の両方を精密に制御して温度勾配を常に所定値に保つことは非常に困難であり、また、単結晶の育成中に原料融液面と熱遮蔽部材との距離を変更すると、この距離間隔を通過する不活性ガスの流速も変化することになってしまい、育成される単結晶中の酸素濃度が引上げ長さ方向に変化してしまう問題もある。

40

【 0 0 2 0 】

また、実操業時においては、ヒーターや断熱材などのホットゾーン構造物の経時変化や、チャンバー内面の輻射率の変化などにより結晶内温度勾配が変化する。特に、引き上げを中断して育成した単結晶を再溶解することとなった場合等においては、その変化が大きい。また、石英ルツボの軟化に伴うルツボ厚みの増加により、ルツボの内径が減少して融液面の高さが変化する場合もある。

【 0 0 2 1 】

このようなチャンバー内の状態の変化に対応して、製造条件（原料融液面と熱遮蔽部材との距離、引上げ速度など）を適切に調整する必要がある、特に、前記チャンバー内の状

50

態変化の影響が顕著に現れる単結晶育成前の製造条件の調整が、所望の欠陥領域を有する単結晶（特に無欠陥結晶）を効率よく、高い歩留りで製造する上で必要である。

【 0 0 2 2 】

本発明の目的は、ルツボ内の原料融液面に対向して熱遮蔽部材を配置することによりホットゾーンの構造を改良した単結晶育成装置を用い、ＣＺ法により単結晶を製造する際に、ホットゾーン構造物の経時変化、チャンバー内面の輻射率の変化など、チャンバー内の状態の変化を加味した製造条件（具体的には、原料融液面と熱遮蔽部材との距離）を設定した上で単結晶の育成を行う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】

【 0 0 2 3 】

本発明者らは、上記の課題を解決するために検討を重ねた結果、ホットゾーンに取り付けられている原料加熱用ヒーターの温度、さらには原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した時間（これを、「延引時間」という）を指標として用いれば、チャンバー内の状態の変化に応じて単結晶育成開始前の原料融液面と熱遮蔽部材との距離を設定し、引き上げ開始の直後から結晶内温度勾配を適正に制御できることを知見した。

【 0 0 2 4 】

本発明の要旨は、下記の単結晶の製造方法にある。

すなわち、チャンバー内で原料を溶解し、その原料融液からＣＺ法により単結晶を製造する方法において、前記単結晶を育成する前に、チャンバー内条件の経時変化に基づき、前記原料融液の融液面と該融液面に対向配置された熱遮蔽部材との距離（以下、「原料融液面と熱遮蔽部材間の距離」という）を変更することを特徴とする単結晶の製造方法である。

【 0 0 2 5 】

ここで言う「チャンバー内条件」とは、前述のヒーターや断熱材など、ホットゾーン構造物の経時変化や、チャンバー内面の輻射率の変化、さらには、石英ルツボの軟化に起因する融液面の高さの変化等、チャンバー内の状態の変化を生じさせる要因（条件）をいう。このチャンバー内条件としては、例えば、原料加熱用ヒーターの温度、原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した延引時間が挙げられる。

【 0 0 2 6 】

また、「原料融液面と熱遮蔽部材間の距離」とは、原料融液面からこの液面に対向して配置された熱遮蔽部材までの距離 D_m である（後述する図４参照）。

【 0 0 2 7 】

前記本発明の単結晶の製造方法において、チャンバー内条件が、チャンバー内に配置されたヒーターの温度である場合、原料溶解後、単結晶の育成に移行する前に行う種結晶なじませ操作完了時のヒーター温度に応じて、前記原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することとする実施形態（これを、「実施形態１」と記す）を採ることができる。

【 0 0 2 8 】

ここで言う「種結晶なじませ操作」とは、種結晶を原料融液の表面に接触させる際に、融液温度をその最適温度に安定させる操作をいう。原料を溶解した直後の融液温度は局部的な変動が大きいいため、融液全体としては温度のバラツキが著しく大きく、不安定な状態となっているので、この操作が必要となる。前記の「最適温度」は、種結晶を原料融液の表面に接触させた際の接触界面の形状を観察し、結晶張り出し等を監視することにより推定する。この推定に基づいてヒーターパワー（電力）を制御し原料融液への入熱量を調整すること等により、融液温度が「最適温度」に安定化するようにコントロールする。

【 0 0 2 9 】

前記本発明の単結晶の製造方法（実施形態１を含む）において、チャンバー内条件が、前記原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した延引時間である場合、当該延引時間に応じて前記原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することとする実施形態（これを、「実施形態２」と記す）を採用することもできる。

【 0 0 3 0 】

ここで言う「延引時間」とは、前記のとおり、原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した時間であるが、何らかの理由で引き上げを中断し、再溶解することとなった場合は、それに要した時間も含まれるので、この場合の延引時間は、原料溶解完了から、再溶解を経て、再度行う種結晶なじませ操作が完了するまでに要した時間となる。

【 0 0 3 1 】

前記本発明の単結晶の製造方法（実施形態 1 および実施形態 2 を含む）において、育成される単結晶を、COP および転位クラスターが存在しない無欠陥領域からなる単結晶とすることができる。

【 発明の効果 】

【 0 0 3 2 】

本発明の単結晶の製造方法によれば、CZ 法により単結晶を製造する際に、ホットゾーン構造物の経時変化、チャンバー内面の輻射率の変化など、チャンバー内の状態の変化に対応して、単結晶育成開始前の製造条件（ここでは、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離）を適切に設定することができ、引き上げの開始直後から結晶内温度勾配を適正に制御して、所望の欠陥領域を有する単結晶を、効率よく、高い歩留りで製造することができる。

【 0 0 3 3 】

また、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することにより結晶内温度勾配を制御できるので、引上げ速度（V）／結晶内温度勾配（G）を制御してCOP および転位クラスターが存在しない無欠陥領域からなる単結晶を製造することができる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 3 4 】

本発明の単結晶の製造方法は、前記のとおり、チャンバー内で原料を溶解し、その原料融液からCZ 法により単結晶を製造する方法において、前記単結晶を育成する前に、チャンバー内条件の経時変化に基づき、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することを特徴とする方法である。

【 0 0 3 5 】

図 4 は、本発明の製造方法を実施するのに適した単結晶育成装置の要部の構成例を模式的に示す図である。育成装置の外観はチャンバー 1 で構成され、その中心部にルツボ 2 が配設されている。ルツボ 2 は回転および昇降が可能な支持軸 3 の上端部に固定され、ルツボ 2 の外側にはヒーター 4 および断熱材 5 が概ね同心円状に配設されている。前記ルツボ 2 内に投入されたシリコン原料は溶融され、原料融液 6 が形成される。前記ルツボ 2 の中心軸上には、支持軸 3 と同一軸上で逆方向または同方向に所定の速度で回転する引上げ軸 7 が配設されており、引上げ軸 7 の下端には種結晶 8 が保持されている。

【 0 0 3 6 】

更に、この育成装置には、引き上げた単結晶 9 の周りに熱遮蔽部材 10 が配設されている。この熱遮蔽部材 10 は黒鉛製であり、内面が下端部から始まる逆円錐台面を呈しており、下端面が原料融液 6 面に対向して配置されている。

【 0 0 3 7 】

この装置は、ホットゾーン構造が改良された単結晶育成装置であり、前記原料融液面と熱遮蔽部材 10 間の距離 Dm を変更して結晶内温度勾配を制御することにより、V（引上げ速度）／G（結晶内温度勾配）を制御して前記図 3 に示した欠陥分布を有する単結晶を引き上げることが可能である。この育成装置を用いて原料融液面と熱遮蔽部材 10 間の距離 Dm を制御することにより、無欠陥領域からなる単結晶を製造することができる。

【 0 0 3 8 】

本発明の製造方法において、単結晶を育成する前に、チャンバー内条件の経時変化に基づき、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することとするのは、チャンバー内の状態の変化に対応して、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を適切に調整するためである。

【 0 0 3 9 】

チャンバー内の状態の変化（例えば、ホットゾーン構造物の経時変化、チャンバー内面の輻射率の変化）は、チャンバー内条件（即ち、ヒーター温度や延引時間など）が原料溶

10

20

30

40

50

解後の時間の経過に伴い変化した結果生じるので、チャンバー内条件の経時変化に基づいて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更するのである。この変更は、単結晶を育成する前に行うが、育成開始直前に行うこととすれば、直近のチャンバー内条件に基づいてチャンバー内の状態の変化に対応できるので、望ましい。

【0040】

チャンバー内条件としては、前記のヒーター温度や延引時間に限定されない。それら他に、チャンバー内の状態の変化を製造条件（ここでは、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離）に反映させる指標として採用できるものがあれば、それに基づき、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することとしてもよい。

【0041】

チャンバー内条件の経時変化に基づき、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更する際には、例えば、操業者が操業実績に基づいて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を適宜調整してもよいが、チャンバー内条件の具体的な内容（例えば、ヒーター温度や延引時間）毎に、その経時変化（例えば、単結晶の育成開始直前におけるヒーター温度や延引時間）と、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離との関係を、操業データを整理、解析するなどして予め求めておき、それに基づいて調整することが望ましい。

【0042】

前記の実施形態1の製造方法は、本発明の単結晶の製造方法において、チャンバー内条件をチャンバー内に配置されたヒーターの温度とした場合である。この実施形態1においては、原料溶解後、単結晶の育成に移行する前に行う種結晶なじませ操作完了時（つまり、育成開始直前）のヒーター温度に応じて、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更する。

【0043】

具体的に説明すると、例えば、種結晶なじませ操作完了時のヒーター温度が基準として定めた温度（前記の種結晶なじませ操作において、融液温度を「種結晶が融液表面に接触する最適温度」に調整できるヒーター温度）よりも高い場合は、融液への入熱量が増大して「種結晶が融液表面に接触する最適温度」から外れるので、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を前記基準として定めた温度における距離（基準距離）よりも小さくする。この操作により、原料融液面、ルツボ側壁、さらにはチャンバー内面からの輻射熱が遮断され、融液温度を「種結晶が融液表面に接触する最適温度」に調整することができる。

【0044】

融液温度を直接測定して「種結晶が融液表面に接触する最適温度」に調整するのが合理的といえるが、融液表面の温度を光学的な測温手段で検出する方法では、測温中、SiO₂蒸発などの外乱要因の影響を受け易く、融液の熱対流の影響で測温箇所によっては測定温度が異なる。そのため、ヒーター温度を指標として用い、ヒーター温度に応じて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更し、結晶内温度勾配を調整する。

【0045】

この場合、原料溶解後、単結晶の育成に移行する前に行う種結晶なじませ操作完了時（つまり、単結晶の育成開始直前）のヒーター温度と、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離との関係を予め求めておき、それに基づいて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整することが望ましい。

【0046】

ヒーター温度は、前述したように、種結晶なじませ操作において、融液温度を「最適温度」に安定化するようにヒーターパワー（電力）を制御し原料融液への入熱量を調整する過程で定まる温度であり、放射温度計や2色温度計により正確に測定することができる。

【0047】

ヒーター温度としては、チャンバー内に配置された原料加熱用ヒーターのどの部位の温度を採用してもよいが、ヒーターの部位によっては微妙に異なる場合があるので、ヒーターの特定の部位（例えば、鉛直方向中央）における温度を用いることが望ましい。

【 0 0 4 8 】

前記の実施形態 2 の製造方法は、本発明の単結晶の製造方法（実施形態 1 の製造方法を含む）において、チャンバー内条件を原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した延引時間とした場合である。この実施形態 2 においては、当該延引時間に応じて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更する。

【 0 0 4 9 】

例えば、原料溶解後、種結晶なじませ操作を完了し、単結晶の育成に移行して、引き上げ中断による再溶解を行わずにそのまま引き上げを完了できれば、延引時間は短く、チャンバー内の状態の変化は比較的少ないが、再溶解を行った場合は、延引時間が長くなり、ホットゾーン構造物の経時変化、チャンバー内面の輻射率の変化など、チャンバー内の状態の変化はかなり大きくなる。このような場合、通常はチャンバー内の状態の変化に費やされる分、ヒーターパワー（電力）が増大しているので、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を小さくして原料融液への入熱量を遮断し、融液温度を前記の最適温度に調整する。

【 0 0 5 0 】

延引時間が長くなった場合は、ヒーターパワーが変化（増大）するので、ヒーター温度も変化する。したがって、実施形態 2 の製造方法を実施する場合は、一般に、延引時間と、育成開始直前のヒーター温度に応じて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することになる。

【 0 0 5 1 】

このように、実施形態 2 の製造方法によれば、原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した（つまり、単結晶の育成開始直前までの）延引時間、または更に育成開始直前のヒーター温度に応じて原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更するので、チャンバー内の状態の大きな変化にも対応することができる。

【 0 0 5 2 】

図 5 は、本発明の単結晶の製造方法（実施形態 1 および 2 の製造方法を含む）を実施するに際しての、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離の通常行われる設定プロセスを説明する図である。同図に示すように、ステップ（3）で、延引時間 T_m による調整法（実施形態 2 の方法）を採用しない場合は、ヒーター温度による調整法（ステップ（4）- 2）により、基準なじませ温度との差から原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を求める。「基準なじませ温度」とは、後述する実施例でも説明するが、延引時間が短い場合において、種結晶なじませ操作が完了した時点における原料融液温度である。原料融液温度は、通常、ヒーター温度を測定して求められる。

【 0 0 5 3 】

一方、ステップ（3）で、延引時間 T_m による調整法を採用する場合は、延引時間 T_m およびヒーター温度による調整法（ステップ（4）- 1）により、延引時間、および基準なじませ温度との差から（ステップ（5）- 1）、設定する原料融液面と熱遮蔽部材間の距離 D_m と、基準距離 h との差（ $D_m - h$ ）を求め（ステップ（6））、差（ $D_m - h$ ）に基づき、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離 D_m を設定する（ステップ（7））。なお、前記の延引時間 T_m による調整法（実施形態 2 の方法）を採用しない場合としては、例えば、延引時間が比較的短い場合などが挙げられる。また、「基準距離 h 」とは、原料融液温度が「基準なじませ温度」のときの原料融液面と熱遮蔽部材間の距離である。

【 0 0 5 4 】

前記本発明の単結晶の製造方法（実施形態 1 および実施形態 2 を含む）によれば、育成される単結晶を、COP および転位クラスターが存在しない無欠陥領域からなる単結晶、特に、半導体デバイスの基板として多用されているシリコンウェーハの素材となるシリコン単結晶を製造することができる。

【 0 0 5 5 】

実施形態 1 および 2 を含めた本発明の製造方法の実施に用いる装置は、図 4 に例示したように、熱遮蔽部材を原料融液面に対向配置することによりホットゾーン構造を改良した装置である。原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更して結晶内温度勾配を制御すること

により、 V （引上げ速度）/ G （結晶内温度勾配）を制御して前記図 3 に示した欠陥分布を有する単結晶を引き上げることができるので、無欠陥領域を有する単結晶が得られる V （引上げ速度）/ G （結晶内温度勾配）の範囲を予め把握しておくことにより、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整して無欠陥領域からなる単結晶を製造することが可能となる。

【実施例】

【0056】

前記図 3 に示した要部構成を有する装置を使用して本発明の単結晶の製造方法（実施形態 1 および実施形態 2）を適用し、直径 300 mm のシリコン単結晶を育成した。なお、育成に際しては、無欠陥領域を有する単結晶が得られる V （引上げ速度）/ G （結晶内温度勾配）の範囲を予め把握しておき、 V/G がその範囲内に入るように原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整した。

10

【0057】

（実施例 1）

本発明の実施形態 1 の製造方法を適用した場合である。実作業時のデータから、予め、種結晶なじませ操作完了時における原料融液温度と、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離との関係を求めておき（表 1 参照）、それに基づいて、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整した。

【0058】

【表 1】

20

表 1

原料融液温度 〔基準なじませ温度との差： $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ 〕	原料融液面と熱遮蔽部材間の距離 D_m 〔基準距離 h との差： $D_m - h(\text{mm})$ 〕
1.2	-0.6
1.0	-0.5
0.8	-0.4
0.6	-0.3
0.4	-0.2
0.2	-0.1
0(基準)	0(基準)
-0.2	0.1
-0.4	0.2
-0.6	0.3
-0.8	0.4
-1.0	0.5
-1.2	0.6

30

40

【0059】

表 1 において、原料融液温度は、基準なじませ温度との差で表示している。「基準なじませ温度」とは、延引時間が短い場合において、種結晶なじませ操作が完了した時点における原料融液温度である。なお、延引時間が短い場合は、原料融液温度はヒーター温度と対応しているので、正確な測定が可能なヒーター温度を測定することによって基準なじませ温度を求めた。

【0060】

また、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離 D_m は、基準距離 h との差（ $D_m - h$ ）で表示している。「基準距離 h 」とは、原料融液温度が「基準なじませ温度」のときの原料融液面と熱遮蔽部材間の距離である。

50

【 0 0 6 1 】

実施形態 1 の製造方法を適用し、上記のように原料融液面と熱遮蔽部材間の距離 D m を調整して育成したシリコン単結晶について、以下に示す方法で結晶欠陥（ O S F 、 C O P および転位クラスター）の有無を検査した。

【 0 0 6 2 】

O S F ：育成したシリコン単結晶のほぼ中央部から検査用のウェーハを採取し、酸化性雰囲気中で、 1 1 0 0 、 1 6 時間の熱処理を行った後、ウェーハ面内を光学顕微鏡で観察した。

【 0 0 6 3 】

C O P および転位クラスター：前記検査用のウェーハをクロム酸と弗酸の混合溶液によりエッチングした後、ウェーハ面内を光学顕微鏡で観察した。

10

【 0 0 6 4 】

検査結果を図 6 に示す。同図において、比較例は、実施例 1 の場合と同じ装置を使用し、 V / G が前記予め把握した範囲内に入るように原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整したが、種結晶なじませ操作完了時のヒーター温度に応じた距離の変更を行わずにシリコン単結晶を育成した場合である。なお、実施例 1 では 5 0 本の、また比較例では 2 0 本の単結晶についての検査結果の平均値を示した。「合格」は、結晶欠陥が認められなかったことを、「不合格」は、 O S F および / または転位クラスターが検出されたことを意味する。

【 0 0 6 5 】

図 6 に示したように、無欠陥のシリコン単結晶が得られる比率は、比較例では 8 0 % であったが、実施形態 1 の方法を適用した場合は、 8 4 % に向上した。

20

【 0 0 6 6 】

（実施例 2 ）

本発明の実施形態 2 の製造方法を適用した場合である。実施例 1 の場合と同様、実作業時のデータから、予め、種結晶なじませ操作完了時における原料融液温度および延引時間と、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離との関係を求めておき（表 2 参照）、それに基づいて、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整した。

【 0 0 6 7 】

【表 2】

表 2

原料融液温度 〔基準なじませ温度との差〕 ：ΔT(°C)	原料融液面と熱遮蔽部材間の距離Dm 〔基準距離hとの差：Dm-h(mm)〕										
	延引時間(hr) <10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	
1.2	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	-1.0	-1.1	-1.2	-1.3	-1.4	-1.5	
1.0	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	-1.0	-1.1	-1.2	-1.3	-1.4	
0.8	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	-1.0	-1.1	-1.2	-1.3	
0.6	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	-1.0	-1.1	-1.2	
0.4	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	-1.0	-1.1	
0.2	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	-1.0	
0(基準)	0(基準)	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	-0.9	
-0.2	0.1	0	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	-0.8	
-0.4	0.2	0.1	0	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	-0.7	
-0.6	0.3	0.2	0.1	0	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	-0.6	
-0.8	0.4	0.3	0.2	0.1	0	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	-0.5	
-1.0	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	0	-0.1	-0.2	-0.3	-0.4	
-1.2	0.6	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	0	-0.1	-0.2	-0.3	

10

20

30

40

【0068】

表 2 においても、原料融液温度は、表 1 の場合と同様に基準なじませ温度との差で表示している。なお、原料融液温度はヒーター温度を測定して求めた。また、原料融液面と熱

50

遮蔽部材間の距離 D_m は、基準距離 h との差 ($D_m - h$) で表示している。

【0069】

実施形態2の製造方法を適用し、上記のように原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整して育成したシリコン単結晶について、実施例1の場合と同様に、結晶欠陥（OSF、COPおよび転位クラスター）の有無を検査した。

【0070】

検査結果を図7に示す。同図において、比較例は、実施例2の場合と同じ装置を使用し、 V/G が前記予め把握した範囲内に入るように原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を調整したが、延引時間、および種結晶なじませ操作完了時のヒーター温度に応じた距離の変更を行わずにシリコン単結晶を育成した場合である。なお、実施例2では50本の、また比較例では20本の単結晶についての検査結果の平均値を示した。「合格」は、結晶欠陥が認められなかったことを、「不合格」は、OSFおよび/または転位クラスターが検出されたことを意味する。

10

【0071】

図7から明らかなように、無欠陥のシリコン単結晶が得られる比率は、比較例では79.5%であったが、実施形態2の方法を適用した場合は、90%に向上した。

【0072】

図6、図7に示したように、本発明の実施形態1および実施形態2の製造方法を適用することによりいずれも無欠陥領域を有する単結晶の育成比率が向上しているが、これは、ホットゾーン構造物の経時変化、チャンバー内面の輻射率の変化など、チャンバー内の状態の変化に対応して、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を適切に設定し、引き上げの開始直後から結晶内温度勾配を適正に制御できたことによるものである。

20

【産業上の利用可能性】

【0073】

本発明の単結晶の製造方法は、CZ法により単結晶を製造する際に、種結晶なじませ操作完了時のヒーター温度または/および原料溶解完了から種結晶なじませ操作完了までに要した延引時間など、チャンバー内条件の経時変化に基づき、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更する方法である。この製造方法によれば、単結晶育成開始前の製造条件（前記融液面と熱遮蔽部材間の距離）を適切に設定して、単結晶を効率よく、高い歩留りで製造することができる。

30

【0074】

また、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離を変更することにより結晶内温度勾配を制御できるので、引き上げ速度（ V ）/結晶内温度勾配（ G ）を制御してCOPや転位クラスターなどの結晶欠陥が存在しない単結晶を製造することができる。

【0075】

したがって、本発明の単結晶の製造方法は、効率的な製造方法として、特にシリコン単結晶の製造に広く利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0076】

【図1】CZ法により得られたシリコン単結晶に存在するGrown-in欠陥の分布状況を説明する図である。

40

【図2】単結晶引き上げ時の、引き上げ速度と結晶欠陥の発生位置との一般的な関係を説明する図で、引き上げ速度を徐々に低下させて育成した単結晶の縦断面における欠陥分布状態を模式的に示す図である。

【図3】改良を施したホットゾーン構造をもつ育成装置により引き上げた単結晶の引き上げ軸を含む断面における欠陥分布状態を模式的に示す図である。

【図4】本発明の製造方法を実施するのに適した単結晶育成装置の要部の構成例を模式的に示す図である。

【図5】本発明の単結晶の製造方法（実施形態1および2の製造方法を含む）を実施するに際しての、原料融液面と熱遮蔽部材間の距離の設定プロセスを説明する図である。

50

【図 6】本発明の実施形態 1 の方法を適用した場合における無欠陥のシリコン単結晶が得られる比率を示す図である。

【図 7】本発明の実施形態 2 の方法を適用した場合における無欠陥のシリコン単結晶が得られる比率を示す図である。

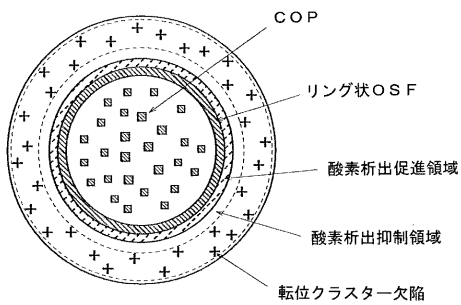
【符号の説明】

【 0 0 7 7 】

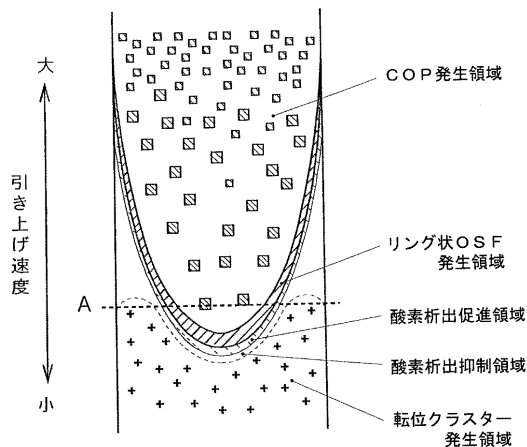
1 : チャンバー、 2 : ルツボ、 3 : 支持軸、
4 : ヒーター、 5 : 断熱材熔融液、
6 : 原料融液、 7 : 引上げ軸、 8 : 種結晶、
9 : 単結晶、 10 : 熱遮蔽部材、

10

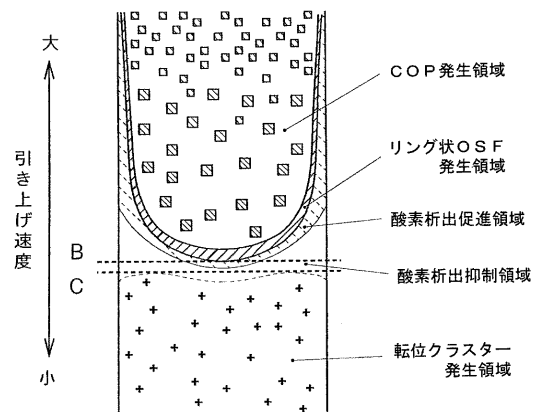
【図 1】



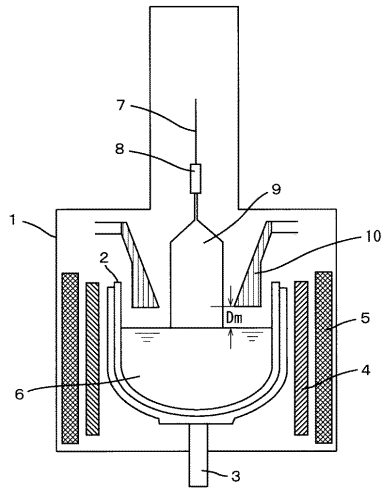
【図 2】



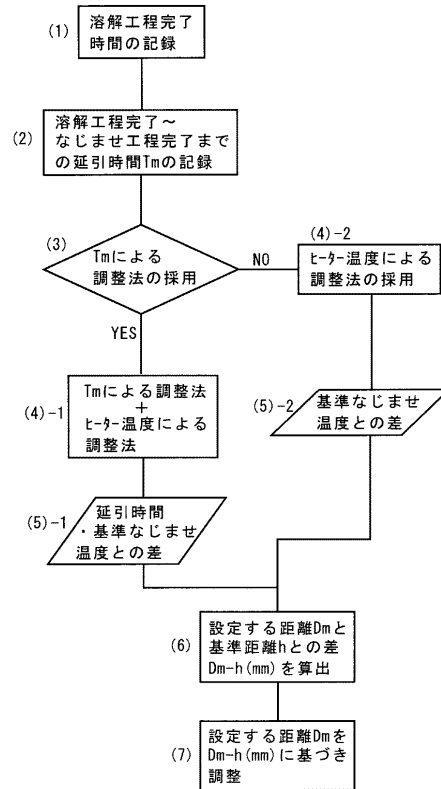
【図 3】



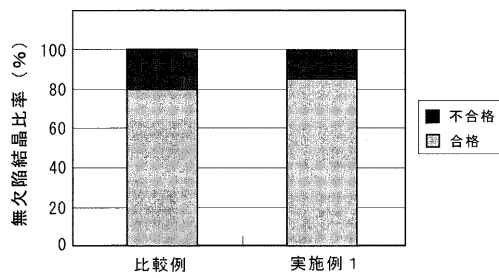
【図 4】



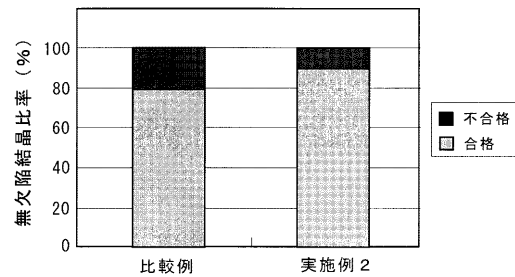
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(72)発明者 江頭 和幸

東京都港区芝浦一丁目2番1号

株式会社SUMCO内

Fターム(参考) 4G077 AA02 BA04 CF10 EG19 EH06 HA12 PA16 PF55