(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3856873号
(P3856873)
(45)発行日　平成18年12月13日(2006.12.13)　(24)登録日　平成18年9月22日(2006.9.22)

(51)Int.Cl.		F I		
C30B 29/06	(2006.01)	C30B	29/06	502A
C30B 15/00	(2006.01)	C30B	15/00	Z
H01L 21/208	(2006.01)	H01L	21/208	Z

請求項の数 2　(全 11 頁)

(21)出願番号　特願平8-194487
(22)出願日　平成8年7月24日(1996.7.24)
(65)公開番号　特開平9-40496
(43)公開日　平成9年2月10日(1997.2.10)
審査請求日　平成15年6月3日(2003.6.3)
(31)優先権主張番号　08/507055
(32)優先日　平成7年7月25日(1995.7.25)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者　392026316
エムイーエムシー・エレクトロニック・マテリアルズ・インコーポレイテッド
MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INCORPORATED
アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州　セント・ピーターズ、パール・ドライブ５０１番
(74)代理人　100062144
弁理士　青山　葆
(74)代理人　100083356
弁理士　柴田　康夫

最終頁に続く

(54)【発明の名称】多結晶シリコン装填材料から溶融シリコンメルトを製造する方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
チョクラルスキー法によって単結晶シリコンインゴットを成長させるのに使用するために、ルツボ中に溶融シリコンのプールを製造する方法であって、
（ａ）　ルツボ中に部分的に溶融した装填材料を形成し、この部分的に溶融した装填材料は、上部表面を有する溶融シリコン、および溶融シリコンの上部表面より上に露出した未溶融多結晶シリコンを含んでなる；
（ｂ）　粒状多結晶シリコンを露出未溶融多結晶シリコン上に供給する；
（ｃ）　未溶融多結晶シリコンおよび露出未溶融多結晶シリコン上に供給された粒状多結晶シリコンを溶融させて、溶融シリコンのプールを形成する；
ことを含んでなる方法。
【請求項２】
チョクラルスキー法によって単結晶シリコンインゴットを成長させるのに使用するために、ルツボ中に溶融シリコンのプールを製造する方法であって、
（ａ）　塊状多結晶シリコンをルツボに装填して塊状多結晶シリコンの一部分を溶融することによってルツボ中に部分的に溶融した装填材料を形成し、この部分的に溶融した装填材料は、上部表面を有する溶融シリコン、および溶融シリコンの上部表面より上に露出した未溶融塊状多結晶シリコンを含んでなる；
（ｂ）　粒状多結晶シリコンを露出未溶融塊状多結晶シリコン上に供給する；（ｃ）　粒状多結晶シリコンから水素が拡散するのに十分な時間および温度で、露出未溶融塊状多結

晶シリコン上に、粒状多結晶シリコンを滞留させる；
（ｄ） 未溶融塊状多結晶シリコンおよび露出未溶融塊状多結晶シリコン上に供給された粒状多結晶シリコンを溶融させて、溶融シリコンのプールを形成する；
ことを含んでなる方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は一般に単結晶シリコンの製造に関し、詳しくは、多結晶シリコンから溶融シリコンメルトを製造する方法に関する。好ましい態様において、本発明は特に、塊状（チャンク）および粒状多結晶シリコンの混合装填材料から溶融シリコンメルトを製造する方法に関する。
【０００２】
【従来の技術】
ミクロ電子回路製造に使用される単結晶シリコンのほとんどは、チョクラルスキー（Czochralski)(ＣＺ）法によって製造される。この方法において、ルツボ中で多結晶シリコンを溶融させ、種結晶を溶融シリコンに浸漬し、インゴットに所望される直径が得られるようにして種結晶を引き上げ、その直径で単結晶を成長させることによって、単結晶シリコンインゴットが製造される。溶融シリコンを形成するために溶融された多結晶シリコンは一般に、Siemens法によって製造される一般に不規則形の塊状多結晶シリコンであるかまたは、一般に流動床反応法によって製造される易流動性の一般に球形の粒状多結晶シリコンである。塊状および粒状多結晶シリコンの製造および特徴について、F. Shimura, Semiconductor Silicon Crystal Technology, pages 116-121、Academic Press (San Diego CA, 1989)およびその中に引用されている文献に詳細に記載されている。
【０００３】
塊状多結晶シリコンのルツボへの最初の装填および溶融は、単結晶シリコンインゴット中に望ましくない不純物および欠陥を導入する場合がある。例えば、ルツボに最初に全体的に塊状多結晶シリコンが装填される場合、全装填材料装填下の塊の縁がルツボ壁を引っ掻いたり、削ったりすることがあり、その結果、ルツボが損傷され、ルツボの粒子がシリコンメルト中に浮遊または懸濁することになる。これらの不純物が、単結晶中に形成されるディスロケーションの可能性を有意に増加させ、ディスロケーションを有しない単結晶の製造収量（歩留り）および処理量を減少させる。
【０００４】
初期装填の間に塊状多結晶シリコンを注意深く配置することによって、熱応力を最少限にすることができる。しかし、溶融が進むにつれて、装填材料が移動することができ、または塊状多結晶シリコンの下部分が溶融してメルト上方のルツボ壁に付着した未溶融物の「ハンガー（hanger)」、またはメルトの上方のルツボ壁の対向側面間に架橋する未溶融物の「ブリッジ（bridge)」を残すこともできる。装填材料が移動するかまたはハンガーまたはブリッジが崩壊したときに、溶融シリコンを跳ねさせる、および／または、機械的応力によってルツボが破損される場合がある。さらに、１００％塊状多結晶シリコンの初期装填は、そのような塊状物質の低い充填密度の故に装填できる物質の容量が制限される。この容量制限が直接、単結晶処理量に影響を及ぼす。
【０００５】
ＣＺルツボに最初に全体的に粒状多結晶シリコンが装填されるときにも、同様に問題が存在する。低い熱伝導性の故に、粒状多結晶シリコンを溶融させるのに多量の電力が必要とされる。そのような高い溶融電力に暴露されることによってルツボ中に誘導される熱応力が、ルツボの変形を生じ、ルツボの粒子を放出させメルト中に懸濁させる。機械的応力と同様に、これらの熱応力は、ゼロ欠損結晶の製造収量および処理量を減少させる結果となる。１００％粒状多結晶シリコンから成る初期装填材料に関連する他の問題が、本発明に関連して下記に記載されている。最終的には、粒状多結晶シリコンの初期装填量は１００％塊状多結晶シリコンの初期装填量よりも容量的に大きいけれども、それらは一般に、ル

ツボへの熱応力の程度が初期装填量の大きさに応じて増加するので、より高い総処理量が得られない結果となる。

【０００６】

最初にルツボに塊状または粒状の多結晶シリコンのいずれが装填される場合でも、多くの方法において、供給／計量システムを用いてメルトに多結晶シリコンを加えて、溶融シリコンの量を増加させるのが望ましい。そのような充填（charge-up）多結晶シリコンの追加装填を用いることは、バッチ、半連続または連続工程システムにおいて既知である。バッチシステムにおいて、例えば、初期多結晶シリコン装填材料が溶融した後に、容量の減少に照らして、追加シリコンを既存のメルトに装填して、全ルツボ容量に達するようにすることができる。日本実用新案出願第５０－１１７８８号（１９７５）が、それを例示している。半連続および連続ＣＺシステムにおいて、単結晶として取り出されるシリコンを補充するために、追加多結晶シリコンがシリコンメルトに装填される。F. Shimura, Semiconductor Silicon Crystal Technology, p. 175-83, Academic Press (San Diego CA, 1989)。

【０００７】

【発明が解決しようとする課題】

粒状多結晶シリコンは一般に、その易流動性により、バッチ、半連続および連続ＣＺシステムを補充するために選択される材料であるが、問題がないわけではない。Kajimotoらの米国特許第５０３７５０３号に開示されているように、シラン法によって製造される粒状多結晶シリコンは、溶融シリコンに浸漬されたときに、シリコン粒子を破裂または爆発させるのに十分な量の水素を含有する。多結晶シリコン粒子の爆発または破裂は、結晶引取装置中のルツボおよび他の要素の表面に散乱シリコン液滴を堆積させ、それらが溶融シリコン中に落下して結晶成長を妨害することがある。

【０００８】

この問題の解決策として、Kajimotoらは、H_2の濃度が７.５重量ppm（２１０ppma）またはそれ以下になるまで、不活性気体雰囲気下に、分離加熱装置で、粒状多結晶シリコンを予熱することによって、粒状多結晶シリコンの水素含有量を減少させることを提案している。この方法は、粒子が爆発する力を減少させる傾向はあるが、この現象を排除することはできない。それどころか、水素濃度１重量ppm（２８ppma）未満の粒状多結晶シリコンにおいてなお破裂現象が生じる。現在のところ、粒状多結晶シリコンは、水素濃度約０.４～約０.７重量ppm（１１－２０ppma）を有する商業的量で入手される。

【０００９】

【課題を解決するための手段】

従って、本発明の目的は、ルツボへの機械的応力および熱応力を減少させ、メルト中の水素濃度を最少限にし、初期装填における多結晶シリコンの容量を最大限にし、充填材料の取扱い容易性を与え、充填多結晶シリコン添加の間の水素破裂作用を回避することによって、向上したゼロディスロケーション成長および処理量を有する単結晶シリコンインゴットを製造するのに適した溶融シリコンメルトを製造することである。本発明の目的はまた、有意な追加的加工費用、装置、または時間を要することなく、向上したゼロディスロケーション成長および処理量を有する単結晶シリコンインゴットを製造するのに適した溶融シリコンメルトを製造することである。

【００１０】

従って、要約すると、本発明は、チョクラルスキー法によって単結晶シリコンを製造するのに使用するために、多結晶シリコンから溶融シリコンメルトを製造する方法に関する。この方法は、多結晶シリコンをルツボに装填し、部分的に溶融した装填材料が形成されるまで、多結晶シリコンを溶融させることを含む。この部分的に溶融した装填材料は、上部表面を有する溶融シリコン、および溶融シリコンの上部表面より上に露出する未溶融多結晶シリコンを含んでなる。この方法はさらに、溶融シリコンに浸漬する前に多結晶シリコンが脱水素することができるように、露出未溶融多結晶シリコン上に多結晶シリコンを供給すること、次に、溶融シリコンメルトが形成されるまで、未溶融多結晶シリコンおよび

露出未溶融多結晶シリコン上に供給される多結晶シリコンを溶融させることを含んでなる。

【００１１】

本発明のその他の特徴および目的は、当業者に明かなのものもあり、また下記に指摘されているものもある。

【００１２】

本発明において、多結晶シリコンを最初にチョクラルスキー（ＣＺ）ルツボに装填し、溶融させて、溶融シリコンおよび未溶融多結晶シリコンの両方を含む部分的に溶融した装填材料を形成する。溶融シリコンは上部表面を有し、それより上に未溶融多結晶シリコンが少なくとも部分的に露出している。未溶融多結晶シリコンの表面上に滞留する間に、および溶融シリコンに浸漬する前に、粒状多結晶シリコンが脱水素できるような仕方で、粒状多結晶シリコンを、露出未溶融多結晶シリコン上に供給する。次に初期装填の粒状多結晶シリコンおよび未溶融多結晶シリコンを完全に溶融させて、溶融シリコンメルトを形成する。本発明を下記図面を参照して詳細に説明するが、いくつかの図面において同じものには同じ番号が付されている。

【００１３】

図１を参照すると、多結晶シリコン１０が標準ＣＺルツボ２０に装填されている。粒状多結晶シリコンまたは塊状多結晶シリコンのいずれかを初期装填に使用することができるが、一般に、塊状多結晶シリコンが好ましい。初期装填のための粒状多結晶シリコンの使用は、その結果として、相対的に低い製造収量、および単結晶シリコンインゴット中の大きいボイド欠陥形成の発生率を高くする。粒状多結晶シリコンが、アルゴンまたは水素のような気体を、ルツボ２０の底２４に閉じ込め、その後にこれらの気体が結晶成長の間にシリコンメルト中に気泡として放出すると考えられる。これらの気泡の中には結晶成長界面において結晶に付着するものもあり、そのようにしてボイド欠陥が形成される。初期装填に塊状多結晶シリコンを使用することによって、これらのボイド欠陥の形成が回避され、その結果として一般に高い収量が得られる。

【００１４】

最初にルツボに装填される多結晶シリコンの量は、好ましくは、単結晶シリコンインゴットの量および製造処理量に関して最適にされる。多過ぎる塊状多結晶シリコンがルツボに装填されると、高い機械的応力が発生し、また装填材料移動、またはブリッジもしくはハンガー形成の可能性が増大する。粒状多結晶シリコンの経済性、入手可能性またはその他の要因によってもまた、初期装填における塊状多結晶シリコンの量を最少限にすることが薦められる。しかし、少な過ぎる塊状多結晶シリコンが装填されると、装填材料を溶融させるために顕著に多量の電力が必要とされる。そのように高い電力を使用することに関連する高い壁温度によって、早期ルツボ崩壊を生じる場合がる。これらの要因に加えて、初期装填量はまた、ルツボのデザイン、ホットゾーンのデザインおよび製造される結晶生成物の種類によっても変化する。例えば、２２インチルツボを使用する１００kg総装填材料において、４０－６５kgの塊状多結晶シリコン初期装填量が好ましく、５０－６０kgの装填量がより好ましい。

【００１５】

好ましい態様において、塊状多結晶シリコンの初期装填材料は、多結晶シリコン１０の中央１２が縁１４から約２３．５㎜～３１㎜高くなるようにしてルツボ中に配置される。ルツボ２０は、その上端２２が、サイドヒーター３０の上端３２より約１０－８０㎜上、好ましくは約５０㎜上になるような位置に配置される。このルツボの位置は、溶融の間一定に保たれる。

【００１６】

多結晶シリコン１０は、部分的に溶融した装填材料がルツボ２０中に形成されるまで溶融される。図２に示されるように、部分的に溶融した装填材料は、溶融シリコン１６と未溶融多結晶シリコン１１の両方を含む。溶融シリコン１６は上部表面１８を有し、この面より上に未溶融多結晶シリコン１１が露出している。未溶融多結晶シリコン１１は本質的に

、溶融シリコン１６によって取り囲まれている島である。

【００１７】

部分的に溶融した装填材料は、ルツボ２０をサイドヒーター３０およびボトムヒーター３４で加熱することによって形成される。塊状多結晶シリコン初期装填量５５ｋｇを２２インチルツボ中で溶融させるために、例えば、サイドおよびボトムヒーター３０、３４が各々、電力１６１kWおよび３０kWに維持される。

【００１８】

多結晶シリコンの初期装填材料が溶融されて多結晶シリコンの島を形成する程度は、特に、部分的溶融装填材料の総表面積に対する溶融シリコン１６の上部表面１８の表面積の量によって定義することができ、ここで総表面積とは溶融シリコン１６の上部表面１８、および未溶融多結晶シリコン１１の表面１３の両方の表面積を意味する。これを測定することにより、溶融シリコン１６の上部表面が総表面積の２５－５０％、最も好ましくは約３０％を占めるまで、多結晶シリコン１０の初期装填材料が溶融される。あるいは、溶融の程度を、溶融シリコン１６と未溶融多結晶シリコン１１の相対量に関して定義することもできる。好ましい態様では、部分的溶融装填材料における溶融シリコン１６対未溶融塊状多結晶シリコン１１の比が、重量で約３：２～４：１になるまで、多結晶シリコン１０の初期装填量が溶融される。前記ヒーター電力値を用いる好ましい態様において、部分的に溶融した装填材料を形成するために約５時間が必要とされる。

【００１９】

ルツボ２０中に部分的に溶融した装填材料を形成した後に、図２に示すように、多結晶シリコン４０を露出未溶融多結晶シリコン１１の上に供給する。この多結晶シリコンは、溶融シリコン１６ではなく未溶融多結晶シリコン１１の島の上に供給すべきである。

【００２０】

最初に装填される多結晶シリコンと島に供給される多結晶シリコンとの重量比は、好ましくは約２：３～約２：１であり、より好ましくは約１：１～３：２である。２２インチルツボへの総装填量１００kgの場合、例えば、塊状多結晶シリコン５５ｋｇ装填量が、前記要因に基づいて最も好ましく、総装填量の残りは島の露出部分に供給される。

【００２１】

多結晶シリコンを供給する仕方は、未溶融多結晶シリコン１１の表面１３に滞留する間に、および溶融シリコン１６に浸漬する前に、多結晶シリコン４０が脱水素できるように制御されることが好ましい。脱水素は、多結晶シリコンの結晶構造を介して、閉じ込められた水素分子（H_2）または原子（Ｈ）を拡散することを意味する。従って、脱水素に影響を及ぼす要因は、水素の温度依存拡散係数、水素が結晶構造から脱するために拡散しなければならない距離、および時間を含む。一般に、特定の大きさの多結晶シリコン塊または粒子に関しては、温度が上昇するにつれて、拡散係数が増加し、水素が拡散するために必要とされる時間が減少する。逆に、水素が拡散するための時間が減少するにつれて、より高い温度が拡散に必要となる。

【００２２】

多結晶シリコン４０の供給速度が、溶融シリコン１６に浸漬する前に、多結晶シリコンが加熱される時間の長さに影響を与えるので、多結晶シリコン４０の滞留時間および滞留温度を組合わせて、多結晶シリコン４０が溶融シリコン１６に浸漬する前に、水素が多結晶シリコン４０から拡散できる速度で、多結晶シリコン４０を露出未溶融多結晶シリコン１１上に供給するのが好ましい。本発明の目的のために、滞留時間は、溶融シリコン１６に浸漬する前に、多結晶シリコン４０が露出未溶融多結晶シリコン１１上に滞留する（即ち、物理的に接触している）時間として定義される。同様に、滞留温度は、多結晶シリコンが露出未溶融多結晶シリコン１１上に滞留する間に到達し、維持される時間平均の温度であると定義される。露出未溶融多結晶シリコン１１上に供給される多結晶シリコンの中には、比較的短い滞留時間を有するものもあるが、その供給は、そのほとんどが脱水素を行うのに十分な滞留時間を有するように制御することができる。

【００２３】

露出未溶融多結晶シリコン上に供給される多結晶シリコンは、好ましくは粒状多結晶シリコンである。粒状多結晶シリコンは一般に、容易に供給することができ、塊状多結晶シリコンと比較してより均一な滞留時間となる。好ましくは、粒状多結晶シリコンは無塵であり、粒子の９０％（重量％）が約４００μm～約１４００μmの範囲の寸法分布を有する。

【００２４】

好ましい態様において、粒状多結晶シリコン４０が溶融シリコン１６に浸漬する前に、粒状多結晶シリコン４０の温度が約３０秒間で約１２００℃に上昇するような速度で、粒状多結晶シリコン４０が露出未溶融多結晶シリコン１１上に供給される。３０秒の滞留時間が好ましいが、１０秒の滞留時間でも、適切な脱水素に十分であると考えられる。より詳しくは、特定のルツボデザインに対して、および好ましい方法に使用される塊状多結晶シリコンの初期装填の大きさおよび配置に対して、粒状多結晶シリコンが露出未溶融多結晶シリコン上に、約５kg／時～約１５kg／時、最も好ましくは約１０kg／時の速度で供給される。そのように低い供給速度がまた、ルツボ上の熱応力を最少限にし、それによってルツボの崩壊を最少限にする。

【００２５】

本発明の好ましい態様に使用される粒状多結晶シリコンの種類および水素濃度は、供給速度およびその他の工程パラメーターが十分な脱水素が確実に行われるように制御される限り、重要ではない。本発明は、最大約５００ppmaを含む広い範囲の水素濃度を有する粒状多結晶シリコンを使用できるという点で、先行技術法よりも優れている。好ましくは、露出未溶融多結晶シリコン１１上に供給される粒状多結晶シリコン４０の水素濃度は、約４００ppma未満、より好ましくは５０ppma未満、最も好ましくは約２０ppma未満である。

【００２６】

図２および図３を参照すると、１つの態様において、粒状多結晶シリコン４０が、石英ガラス供給管４２によって、露出未溶融多結晶シリコン１１上に供給される。粒状多結晶シリコン装填の前および間に、供給管４２が、ルツボ２０の中央の上方、かつ露出未溶融多結晶シリコン１１の中央１２の真上に、可動的に配置される。先に記載したように、部分的に溶融した装填材料が形成されたときに、供給が開始される。粒状多結晶シリコン４０が、露出未溶融多結晶シリコン１１の表面１３上に島４４を形成し、島４４のスロープは粒状多結晶シリコン４０の平静角度に等しい。Albemarleから入手される粒状多結晶シリコンに関しては、平静角度は約３１度である。粒状多結晶シリコン４０の粒子が島４４に滞留している間に、粒子の温度が急激に上昇し、その結果、粒子が溶融シリコン１６に浸漬する前に、急激な脱水素が起こる。粒状多結晶シリコンの脱水素は、ＣＺルツボ中でシリコンメルトを製造する技術において既知であるような同種の大気条件下に行うこともでき、一般に不活性ガス雰囲気下で行われる。脱水素後、粒子の水素濃度は、シリコンの融点におけるシリコン中の水素の飽和濃度よりも低い。即ち、脱水素後の水素濃度は１ppma未満である（０.０３６重量ppm)。

【００２７】

粒状多結晶シリコン４０を露出未溶融多結晶シリコン１１上に供給する間、サイドおよびボトムヒーター３０、３４の両方は、エネルギー供給されたままである。好ましい態様において、サイドヒーター３０の電力は、供給開始後約１時間で１６１kWから１６０kWに減少され、さらに供給開始後約２時間で１５５kWに減少される。ボトムヒーター３４の電力は３０ｋＷにおいて一定に保たれる。図３に示すように、粒状多結晶シリコン供給の間の連続加熱の総合作用によって、島４４の下に形成される固形シリコン塊４６を生じる。好ましい態様において、固形シリコン塊４６は、初期装填の塊状多結晶シリコン、およびその後に供給される粒状多結晶シリコンの両方を含む。

【００２８】

最終シリコンメルトにおいて所望されるシリコン塊の総量がルツボ２０に装填されるまで、供給が最適な供給速度で継続される。塊状多結晶シリコン５５kgが初期装填に使用された合計１００kgのメルト塊に対しては、４５kgの粒状多結晶シリコン４０が供給管４２から装填されなければならない。しかし、ルツボ２０が追加的シリコンメルトを受け入れる

ことができる場合は、それより多い総装填量であってもよい。総メルト塊１２０kgに対しては、粒状多結晶シリコン６５kgが前記と同様に装填される。最適供給速度での好ましい態様において、１００kgおよび１２０kgの総メルト塊になるように供給するために、各々約４.５時間および６.５時間が必要とされる。粒状多結晶シリコン４０の供給が完了した後、結晶引き上げのために供給管４２がルツボ２０の中央部から外される。この時点において、図４に示すように、ルツボ２０中のシリコンの大部分が溶融シリコン１６であり、比較的少量の固形シリコン塊４６が残る。

【００２９】

集合的に固形シリコン塊４６を構成する粒状多結晶シリコンおよび未溶融多結晶シリコンがさらに溶融して、溶融シリコンメルトを形成する。図５に示すように、溶融シリコンメルトは１００％溶融シリコン１６からなる。好ましい態様において、サイドおよびボトムヒーター、３０および３４の電力は各々、１５５kWおよび３０kWに維持され、約１／２時間後に最終溶融を実現する。従って、１００kg溶融シリコンメルトを形成するのに要する合計時間は、約１０時間である。１２０kg溶融シリコンメルトに対しては、約１２時間が必要である。

【００３０】

【発明の好ましい態様】

以下に実施例を示し、本発明を具体的に説明する。

【００３１】

従来方法および本発明の方法によって製造された溶融シリコンメルトを、チョクラルスキー法によって単結晶シリコンインゴットを製造するために使用した。データを集め、溶融シリコンメルトの相対的性能を様々な方法によって評価した。

【００３２】

下記の各実施例において、溶融シリコンメルトを３種類の装填材料および方法を用いて製造した。最初に、この分野において既知の方法によって、１００％塊状多結晶シリコンから成る多結晶シリコン装填材料から、溶融シリコンメルトを製造した。さらに、本発明のあまり好ましくない態様に従って、１００％粒状多結晶シリコンから成る多結晶シリコン装填材料から、溶融シリコンメルトを製造した（即ち、粒状多結晶シリコン約５０kgが初期装填され、残りは、それに続く段階で供給される粒状多結晶シリコンである)。最後に、本発明の好ましい方法に従って、塊状多結晶シリコン５５kg、残りは粒状多結晶シリコンを含む混合多結晶シリコン装填材料から、溶融シリコンメルトが製造された。これらの３種の装填材料およびそれらに関連する溶融シリコンメルトを各々、本明細書において、「純粋塊状」、「純粋粒状」および「混合」装填材料またはメルトと呼ぶ。

【００３３】

粒状多結晶シリコン中の水素濃度は一般に、検知できる影響を結果に及ぼすことなく約１１ppmaから約２８ppmaに変化する。さらに、混合装填試験の１つにおいて、水素濃度約４００ppmaの粒状多結晶シリコンを用いて完全長結晶が製造された。この結晶は、低水素濃度を有する粒状多結晶シリコンを用いて製造された結晶と比較して、本質的特性に関してなんら検知できる差異を示さなかった。高水素含有量の粒状ポリシリコンは、最終メルト位置より上のルツボ壁上に高密度の微小シリコン液滴を生じるが、ゼロ欠陥結晶成長は影響を受けなかった。

【００３４】

各実施例において、データを集め、下記性能パラメーターの計算に用いた：ゼロ欠陥（ＺＤ）収量、処理量、平均熱サイクル時間。この技術分野において、ゼロ欠陥収量は、消費された多結晶シリコン出発材料１kg当たりの、製造されたディスロケーションを含まない単結晶シリコンインゴットのインチ数（インチ／ｋｇ）によって、生産効率を測るものである。処理量は、総サイクル時間に対しての、製造されたディスロケーションを含まない単結晶シリコンインゴットのインチ数の比で（インチ／時）として、時間効率を測定するものである。最後に、平均熱サイクル時間は、結晶引上装置ヒーターが１サイクルにつきエネルギー供給される平均合計時間である。従って、高ＺＤ収量値、高処理量値、および

低平均熱サイクル時間値が好ましい。

【００３５】

実施例１

実験試験の第一組において、６９個の１００kg溶融シリコンメルトが製造された：４７個は純粋塊状装填材料から、１２個は純粋粒状装填材料から、１０個は混合装填材料から製造された。これらの溶融シリコンメルトを各々、対応する単結晶シリコンインゴットを製造するために使用した。データを集め、製造された各シリコンメルトに関するゼロ欠陥（ＺＤ）収量、処理量、および平均熱サイクル時間のパラメーターを測定した。

【００３６】

第Ｉ表は、純粋塊状、純粋粒状、および混合装填材料から製造された溶融シリコンメルトに関するこれらの各パラメーターに対する正規化した平均値を示す。第I表に示されている値は、純粋塊状装填材料について行った試験から得られた平均値に対して正規化されている。

【００３７】

【表１】

第Ｉ表

１００ｋｇ溶融シリコンメルト ※

	装填材料の種類		
パラメーター	純粋塊状	純粋粒状	混合
ＺＤ収量（インチ/kg / インチ/kg）	1.0	0.971	1.203
処理量（インチ／時 ／ インチ／時）	1.0	0.783	1.290
平均熱サイクル時間（時／時）	1.0	1.351	0.923

注）※：数値は、１００ｋｇメルトに関して純粋塊状装填材料を用いて得られた平均値に対して正規化されている。

【００３８】

実施例１は明らかに、本発明の相対的有効性を例証している。第Ｉ表に示されるように、本発明の好ましい方法によって混合装填材料を使用して製造される溶融シリコンメルトからの単結晶シリコンインゴットの製造は、純粋塊状装填材料から従来法で製造されるメルトよりも、ゼロ欠陥収量を２０％増加させ、処理量を約３０％増加させる。同様に、純粋塊状装填材料を用いる従来法と比較して、平均熱サイクル時間が約８％減少していることが分かった。この例はまた、本発明によってシリコンメルトを形成するために純粋粒状装填材料を使用するのはあまり好ましくないことを示している。

【００３９】

実施例２

実験試験の第二組において、３５個の溶融シリコンメルトが製造された：２６個は１００kgの純粋塊状装填材料から、４個は１２０kgの純粋粒状装填材料から、５個は合計１２０kgの混合装填材料から製造された。これらの溶融シリコンメルトを各々、対応する単結晶シリコンインゴットを製造するために使用した。データを集め、製造された各シリコンメルトに関するゼロ欠陥（ＺＤ）収量、処理量、および平均熱サイクル時間のパラメーターを測定した。

【００４０】

第ＩＩ表は、純粋塊状、純粋粒状、および混合装填材料から製造された溶融シリコンメル

トに関するこれらの各パラメーターの正規化した平均値を示す。第ＩＩ表に示されている値は、純粋塊状装填材料について行った試験から得られた平均値に対して正規化されている。

【００４１】

【表２】

第ＩＩ表

１２０ｋｇ溶融シリコンメルト ※

	装填材料の種類		
	純粋塊状	純粋粒状	混合
パラメーター	(１００kg)	(１２０kg)	(１２０kg)
ＺＤ収量 (インチ/kg / インチ/kg)	1.0	0.７３６	1.２５０
処理量 (インチ/時 / インチ/時)	1.0	0.６１２	1.１４２
平均熱サイクル時間 (時／時)	1.0	1.５３８	1.１６７

注） ※： 数値は、１００ｋｇメルトに関して純粋塊状装填材料を用いて得られた平均値に対して正規化されている。

【００４２】

実施例２はまた、ゼロ欠陥収量（２５％増加）および処理量（１４％増加）において、従来法よりも実質的に優れていることを示す。さらに、ゼロ欠陥収量および処理量におけるこのような向上と共に、得られるメルトは純粋塊状装填材料で得られものよりも２０％大きい。

【００４３】

本発明の詳細な説明および前記実施例に照らして、本発明のいくつかの目的が達せられると理解される。

【００４４】

本明細書に記載された説明および例は、本発明、その原理、およびその実際的適用について、当業者に知らせるためのものである。特定の用途における必要性に最もよく適合するように、当業者は本発明を多くの形態に適合および適用することができる。従って、本発明の前記の特定の態様は、網羅的なものではなく、本発明を制限するものではない。

【図面の簡単な説明】

【図１】 塊状多結晶シリコンの初期装填を示すチョクラルスキールツボの断面図である。

【図２】 粒状多結晶シリコンの供給の開始を示す断面図である。

【図３】 粒状多結晶シリコンの連続供給および固形シリコン塊の形成を示す断面図である。

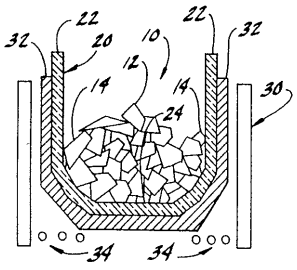
【図４】 粒状多結晶シリコン供給の完了を示す断面図である。

【図５】 溶融シリコン塊を示す断面図である。

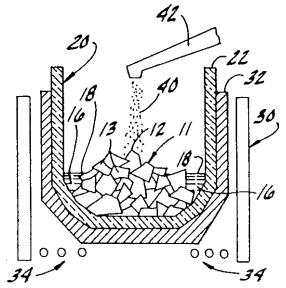
【符号の説明】

１０，４０…多結晶シリコン、１１…露出未溶融多結晶シリコン、
１６…溶融シリコン、２０…ルツボ

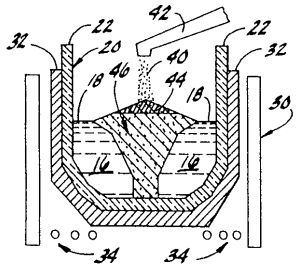
【図１】


32
22
20
10
22
32
12
14
14
30
24
34
34

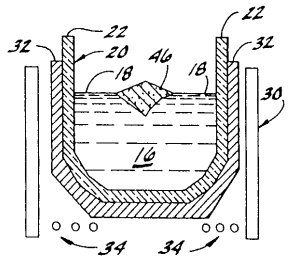
【図２】


42
20
22
32
40
18
16
13
12
11
30
18
16
34
34

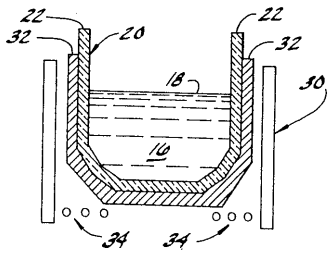
【図３】


42
32
22
20
22
32
40
18
46
44
18
30
16
16
34
34

【図４】


22
32
22
20
46
18
32
18
30
16
34
34

【図５】


22
32
22
20
32
18
30
16
34
34

フロントページの続き

(72)発明者　ジョン・ディ・ホルダー
アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピーターズ、パール・ドライブ５０１番

審査官　五十棲　毅

(56)参考文献　米国特許第４２４９９８８（ＵＳ，Ａ）
特開平０６－２２７８８９（ＪＰ，Ａ）
特開平０１－１４８７７９（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－０８３８８７（ＪＰ，Ａ）
特開平０１－２８２１９４（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－２０８８８９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C30B 1/00 -35/00
H01L 21/208