(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2006-273631
(P2006-273631A)
(43)公開日　平成18年10月12日(2006.10.12)

(51)Int.Cl.		F I			テーマコード（参考）
C30B 29/06	(2006.01)	C30B	29/06	502H	4G077
C30B 15/20	(2006.01)	C30B	29/06	A	
H01L 21/322	(2006.01)	C30B	29/06	502J	
		C30B	15/20		
		H01L	21/322	Y	

審査請求 未請求　請求項の数 14　ＯＬ　（全 32 頁）

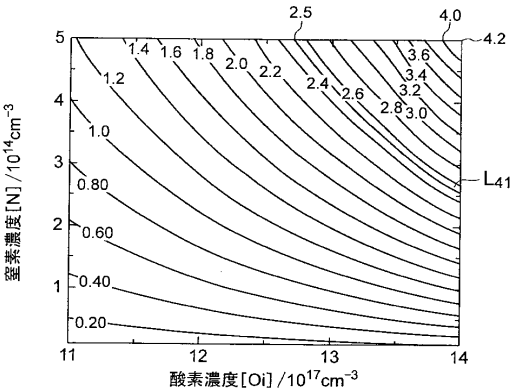
(21)出願番号　特願2005-92928(P2005-92928)
(22)出願日　平成17年3月28日(2005.3.28)

(71)出願人　000184713
コマツ電子金属株式会社
神奈川県平塚市四之宮３丁目２５番１号
(74)代理人　100071054
弁理士　木村　高久
(74)代理人　100106068
弁理士　小幡　義之
(72)発明者　佐土原　晋弥
神奈川県平塚市四之宮三丁目２５番１号
コマツ電子金属株式会社内
(72)発明者　末若　良太
神奈川県平塚市四之宮三丁目２５番１号
コマツ電子金属株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】シリコン単結晶の製造方法およびアニールウェーハおよびアニールウェーハの製造方法

(57)【要約】　（修正有）
【課題】　アニールウェーハにとって必要不可欠なウェーハ表面におけるＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）以外のボイド欠陥の低減や、バルク内のゲッタリング源としてのＢＭＤ（バルク微細欠陥；Bulk micro defect）の生成を保証しつつ、ＳＳＤを確実に低減させるようにして、アニールウェーハの品質を安定させる。
【解決手段】　シリコンウェーハをアニールすると、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物の密度（数）が増大するとの知見に基づき、シリコン単結晶の引上げ成長の過程で、酸素濃度、窒素濃度、冷却濃度という３つのパラメータを制御して上記析出物の密度（数）を減らし、これによりＳＳＤを減らすことができる。あるいは、アニール後にウェーハ表面を所定の深さまで研磨を施すことによってもＳＳＤを減らすことができる。
【選択図】図１１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
アニール処理が施されたウェーハの表面に発生するＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）を低減させるためのシリコン単結晶の製造方法であって、
シリコン単結晶を融液から引き上げるに際して、シリコン単結晶中の酸素濃度、シリコン単結晶中の窒素濃度、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度の３つのパラメータを制御することによって、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物を減少させること
を特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
【請求項２】
アニール処理が施されたウェーハの表面に発生するＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度または数に関して、
当該ＳＳＤの密度または数と、シリコン単結晶中の酸素濃度と、シリコン単結晶中の窒素濃度と、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度との間に成立する関係式を用いて予測し、
予測したＳＳＤ密度または数が得られるようなシリコン単結晶中の酸素濃度、シリコン単結晶中の窒素濃度、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度となる結晶育成条件で、シリコン単結晶を引き上げること
を特徴とするシリコン単結晶の製造方法。
【請求項３】
ＳＳＤの密度と、シリコン単結晶中の酸素濃度と、シリコン単結晶中の窒素濃度と、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度の間に成立する関係式は、
ＳＳＤ密度をＮssd（個/cm^2）、シリコン単結晶中の酸素濃度をＯｉ（atoms/cm^3）、シリコン単結晶中の窒素濃度をＮ（atoms/cm^3）、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度をＣＲ（℃/min）、Ａを定数としたとき、
$Nssd=A[Oi]^{l}[N]^{m}[CR]^{n}$（ただし、ｌ、ｍ＞０、ｎ＜０）
で表されること
を特徴とする請求項２記載のシリコン単結晶の製造方法。
【請求項４】
シリコン単結晶中の窒素濃度を、１Ｅ１３～２．５Ｅ１４atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶中の固溶酸素濃度を、１１Ｅ１７～１４Ｅ１７atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶引上げ時の９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度を、２．５°Ｃ/ｍｉｎ以上として、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法。
【請求項５】
シリコン単結晶中の窒素濃度を、１Ｅ１３～２．５Ｅ１４atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶中の固溶酸素濃度を、１１Ｅ１７～１４Ｅ１７atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶引上げ時の９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度を、１．５°Ｃ/ｍｉｎ以上として、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法。
【請求項６】
シリコン単結晶中の窒素濃度が５Ｅ１４atoms/cm^3以下で、シリコン単結晶中の酸素濃度が１４Ｅ１７atoms/cm^3以下であるときに、シリコン単結晶引上げ時の９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度が４．２°Ｃ/ｍｉｎ以上となるように、冷却速度を制御して、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法。
【請求項７】
シリコン単結晶中の窒素濃度が５Ｅ１４atoms/cm^3以下で、シリコン単結晶中の酸素濃度が１４Ｅ１７atoms/cm^3以下であるときに、９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲におけ

る冷却速度が２．８°Ｃ/ｍｉｎ以上となるように、シリコン単結晶引上げ時の冷却速度を制御して、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法。

【請求項８】

シリコン単結晶中の窒素濃度Ｎが５Ｅ１４atoms/cm^3 以下で、シリコン単結晶中の酸素濃度が１４Ｅ１７atoms/cm^3 以下であるときに、ＳＳＤ密度Ｎssdが所望の値以下となるシリコン単結晶引上げ時の冷却速度ＣＲを請求項３記載の式から求めて、

求められた冷却速度ＣＲとなるように、冷却速度を制御することによって、シリコン単結晶を引き上げるようにした、請求項３記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項９】

シリコン単結晶を融液から引き上げる処理が行われる炉内に、シリコン単結晶を冷却する冷却手段が設けられ、この冷却手段を用いて冷却速度が制御されること

を特徴とする請求項１から８に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【請求項１０】

請求項９記載の方法によって製造されたシリコン単結晶から得られたシリコンウェーハにアニール処理が施されたアニールウェーハであって、

ウェーハ表面を、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤの密度が、０．１５個/cm^2 以下になっている、アニールウェーハ。

【請求項１１】

ウェーハ表面を、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度が、０．１５個/cm^2 以下になっている、窒素ドープされているアニールウェーハであって、

当該アニールウェーハの表面を1um程度の深さまで研磨した場合には、前記ＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズの欠陥の密度が、０．０４個/cm^2 以下にまで低減される、

アニールウェーハ。

【請求項１２】

窒素ドープされているアニールウェーハであって、

ウェーハ表面を、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度が０．０４個/cm^2 以下になっている、アニールウェーハ。

【請求項１３】

窒素ドープされているシリコンウェーハをアニールする工程と、

アニール後に、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度が０．０４個/cm^2 以下になる深さ以上、なおかつウェーハ内部の欠陥が露出する深さ以下にウェーハ表面を除去する工程と

を含むアニールウェーハの製造方法。

【請求項１４】

ウェーハ表面を除去する手段が研磨であり、ウェーハ表面を除去する深さが１０μｍ以下であることを特徴とする、請求項１３に記載のアニールウェーハの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、アニールウェーハ表面のＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度（または数）を、低減させることができるシリコン単

結晶の製造方法あるいはアニールウェーハの製造方法、または、同ＳＳＤの密度（または数）が低減されているアニールウェーハに関する。

【背景技術】

【０００２】

シリコン単結晶はＣＺ（チョクラルスキー）法によって引上げ成長されることによって製造される。引上げ成長されたシリコン単結晶のインゴットはシリコンウェーハにスライスされる。半導体デバイスはシリコンウェーハの表面にデバイス層を形成するデバイス工程を経て作成される。

【０００３】

しかし、シリコン単結晶の成長の過程でグローイン（Grown-in）欠陥（結晶成長時導入欠陥）と呼ばれる結晶欠陥が発生する。

【０００４】

近年、半導体回路の高集積化、微細化の進展に伴い、シリコンウェーハのうちデバイスが作成される表層近くには、こうしたグローイン欠陥が存在することが許されなくなってきている。このため無欠陥結晶の製造の可能性が検討されている。

【０００５】

一般にシリコン単結晶に含まれデバイスの特性を劣化させる結晶欠陥は、以下の３種類の欠陥である。

【０００６】

・ ＣＯＰ（Crystal Originated Particle）などと呼ばれる、空孔が凝集して生じるボイド（空洞）欠陥。

【０００７】

・OSF（酸化誘起積層欠陥，Oxidation Induced Stacking Fault）

・ 格子間シリコンが凝集して生じる転位ループクラスタ（格子間シリコン型転位欠陥、I-defect）。

【０００８】

無欠陥のシリコン単結晶とは、上記３種の欠陥のいずれも含まないか、実質的に含まない結晶として認識ないしは定義されている。

【０００９】

上記３種の欠陥の発生挙動は成長条件によって以下のように変化することが知られている。図１を併せ参照して説明する。図１において横軸は、成長条件Ｖ/Ｇ（Ｖ：成長速度、Ｇ：シリコン単結晶の融点近傍での軸方向温度勾配）であり、Ｇを固定とすれば成長速度Ｖの関数と考えられる。図１の縦軸は、点欠陥濃度である。

【００１０】

・成長速度Ｖが速い場合には、シリコン単結晶は空孔型点欠陥が過剰となり、ボイド欠陥のみが発生する。

【００１１】

・成長速度Ｖを減じると、シリコン単結晶１０の外周付近にリング状にＯＳＦ（Ｒ－ＯＳＦ）が発生し、Ｒ－ＯＳＦ部の内側にボイド欠陥が存在する構造となる。

【００１２】

・成長速度Ｖを更に減じると、リング状のＯＳＦ（Ｒ－ＯＳＦ）の半径は減少し、リング状ＯＳＦ部の外側に欠陥が存在しない領域が生じ、Ｒ－ＯＳＦ部の内側にボイド欠陥が存在する構造となる。

【００１３】

・さらに成長速度Ｖを減じると、シリコン単結晶全体に転位ループクラスタが存在する構造となる。

【００１４】

上述した現象が起こるのは成長速度Ｖの減少に伴いシリコン単結晶が空孔型点欠陥過剰な状態から格子間型点欠陥過剰な状態へと変化するためであると考えられており、その変化はシリコン単結晶の外周部から始まると理解されている。

【００１５】
図１において、ボイド欠陥が優勢的に存在する領域を、Ｖ－リッチ領域（空孔型点欠陥優勢領域）といい、転位ループクラスタが優勢的に存在する領域をＩ－リッチ領域（格子間型点欠陥優勢領域）という。
【００１６】
上記３種の欠陥のうち特にボイド欠陥は、微細化したデバイスで素子分離不良などの原因となるため、その低減が特に必要とされている。
【００１７】
ボイド欠陥は、結晶成長時にシリコン融液から取り込まれた原子空孔（点欠陥）が、結晶冷却中に臨界過飽和度に達することによって凝集して生じるものであり、その欠陥検出方法によってＬＰＤ（レーザ　パーティクル　ディフェクト）、ＣＯＰ（クリスタル　オリジネイティド　パーティクル）、ＦＰＤ（フロー　パターン　ディフェクト）、ＬＳＴＤ（レーザ　スキャッタリング　トモグラフィ　ディフェクト）などと呼ばれる。
【００１８】
無欠陥のシリコン単結晶とは、上記３種の欠陥のいずれも含まないか、実質的に含まない結晶として認識ないしは定義されている。
【００１９】
デバイス回路が作成される表層付近においてグローイン欠陥を含まないシリコンウェーハを得るために次のような方法が考案されている。
【００２０】
・ 結晶の成長条件を制御して、無欠陥の単結晶インゴットを製造する。
【００２１】
・ 高温アニールにより、ウェーハ表層付近のボイド欠陥を消滅させる。
【００２２】
・ エピタキシャル成長によりウェーハ表面に無欠陥層を成長させる。
【００２３】
このうち、「高温アニールにより、ウェーハ表層付近のボイド欠陥を消滅させる」という上記方法は、既に公知の技術になっている。これは通常の成長条件で育成したボイド欠陥を含むシリコン単結晶からシリコンウェーハを採取し、採取したウェーハを高温で長時間の熱処理により得られたウェーハ（以下、本明細書では、「アニールウェーハ」）の表層付近のボイド欠陥を消滅させるものである。
【００２４】
また、デバイスの製造工程では、熱処理中にＢＭＤ（バルク微細欠陥；Bulk micro defect）と呼ばれる酸素析出物が発生する。ＢＭＤの発生の制御は、シリコンウェーハ製造上の重要な課題となっている。すなわち、ＢＭＤがデバイス回路が作成される表層付近において形成されるとデバイスの機能を阻害する。
【００２５】
一方で、シリコンウェーハの表層部に、Ｆｅ、Ｃｕなどの重金属不純物が存在すると、デバイス作成時にデバイス特性を劣化させる。このためシリコンウェーハのバルク内に重金属を捕獲するゲッタリングサイトを形成する必要がある。ここでシリコンウェーハのバルク内に生じたＢＭＤは、重金属を捕獲するゲッタリング（イントリンシックゲッタリング）源として有効に作用する。
【００２６】
図２は、アニールウェーハの断面の構造を模式的に示している。
【００２７】
以上のことから、同図２に示すようにアニールウェーハ１００を製造するにあたり、ウェーハ１００の内部には概ね10^8 個/cm^3 以上の高密度の BMD を有したイントリンシックゲッタリングサイトを形成し、表層のデバイス作成層（１０ミクロン 以上の深さ）には、BMD を含まず、また前述したＣＯＰなどのグローイン欠陥も含まないような無欠陥層、つまりＤＺ層を形成することが必要となる。そして、このようなアニールウェーハの

製造を工業的に容易に達成することが強く望まれている。

【００２８】

ＣＯＰ、ＢＭＤの密度は、シリコン単結晶中の酸素濃度の影響を受ける。したがって、シリコン単結晶中の酸素濃度は、理想的なアニールウェーハを製造する上で重要となる。

【００２９】

また、アニール処理によるＣＯＰの消滅を容易に行うために、シリコン単結晶に窒素をドープして、初期のＣＯＰのサイズを小さくする方法がとられる。これに関しては後掲する特許文献２に記載されている。また、窒素ドープを行うことでＢＭＤも多く作ることができる。

【００３０】

このようにＣＯＰのサイズ、ＢＭＤの数は、窒素濃度の影響を受ける。

【００３１】

以上のように理想的なアニールウェーハを製造するには、その基板となるシリコン単結晶中の酸素濃度、窒素濃度を制御することが重要となる。

【００３２】

また、シリコン単結晶を育成する過程で、引上げ成長速度を遅くする、つまり引上げ速度Ｖと融点近傍の温度勾配Ｇとの比Ｖ/Ｇを低くすることにより、結晶中に取り込まれる空孔量を減らし、ＣＯＰのサイズを縮小するという方法も知られている。

【００３３】

直径２００ｍｍサイズのシリコンウェーハを製造する場合には、きわめて高速で引き上げることができる。引上げ速度が上昇するとシリコン単結晶の冷却速度が上がり、ＣＯＰが形成される温度領域の滞在時間が短縮され、ＣＯＰのサイズを縮小することができる。

【００３４】

ところが、直径３００ｍｍサイズのシリコンウェーハを製造する場合には、シリコンインゴットの熱容量が増大することから、シリコン単結晶の冷却速度を、ＣＯＰサイズを縮小化するに十分な速度まで早めることができない。

【００３５】

このため直径３００ｍｍサイズのシリコンウェーハを製造する場合には、逆に引上げ速度を遅くして、各種条件を設定した上でＣＯＰサイズの縮小を図る方法がとられる。

【００３６】

すなわち、図１において、Ｒ－ＯＳＦ領域と重なる低Ｖ/Ｇの領域に入るような結晶育成条件で、直径３００ｍｍサイズのシリコン単結晶が引き上げられることが多い。この低Ｖ/Ｇ領域では、シリコン単結晶に取り込まれる空孔の数が減るため、ＣＯＰのサイズおよび密度を低減することができ、アニールによってＣＯＰを消滅し易くなる。ただし、ゆっくりと冷やされる徐冷タイプのシリコン単結晶となる。

【００３７】

以上のような手法をとることにより、図２に示すような理想的なアニールウェーハ１００が工業的に容易に製造されると考えられていた。

【００３８】

しかし、最近になって、ボイド欠陥（ＣＯＰ）とは起源を異にするＤＮＮ欠陥という欠陥が、アニールウェーハの表層で発見されるに至っている。

【００３９】

ＤＮＮ欠陥とは、市販のパーティクルカウンタＳＰ１（KLA TENCOR社製の測定器）のＤＮＮ（ダークフィールド　ノーマル　ナロー）モード測定で検出されるウェーハ表面の欠陥である。ＤＮＮモードは、ウェーハに対して垂直にレーザを照射し、欠陥による乱反射の状況を正反射に近い部分で集光し観察するモードである。ＤＮＮモードは、ウェーハ表面のゴミやピット（くぼみ）を検出するのに有効なモードである。

【００４０】

後掲する特許文献１には、アニール前に、フッ酸洗浄を行うことにより、アニール後に発生するＤＮＮ欠陥の核となる酸素析出物を溶解することで、ＤＮＮ欠陥を低減させると

いう発明が記載されている。
【００４１】
また、特許文献１には、ＤＮＮ欠陥と酸素濃度、窒素濃度、結晶育成条件との関係に関して、以下のような知見が記載されている。
【００４２】
１）シリコン単結晶中の酸素濃度を高くすると、ＤＮＮ欠陥数が増大するという知見が示されている（特許文献１の段落（００２３））。
【００４３】
２）窒素を含まないアニールウェーハに比べて、窒素を含むアニールウェーハの方が、ウェーハに発生するＤＮＮ欠陥が多いという知見が示されている（特許文献１の段落（００２０））。
【００４４】
３）ＯＳＦが発生しやすい領域に入る結晶育成条件でシリコン単結晶を引き上げ成長させると、ＤＮＮ欠陥の発生が多く見られることから、「ＯＳＦが発生しやすい領域」を回避して、ＯＳＦの発生が少ない領域に入る結晶育成条件でシリコン単結晶を引上げ成長させることで、ＤＮＮ欠陥の発生が低減するという知見が示されている（特許文献１の段落（００５７））。
【特許文献１】特開２００４－１１９４４６号公報
【特許文献２】特許第３４７９００１号公報
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【００４５】
後述するように本発明者は、窒素ドープされたアニールウェーハの表面に、非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥が発生していることを発見した。以下、この欠陥を、「表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥」の意味で、ＳＳＤ（Surface Shallow Defect）と定義する。また、ＳＳＤは、前述したKLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器のＤＮＮモード測定によって、はじめて検出可能となった欠陥である。その意味で、ＳＳＤは、前述した特許文献１に開示されているＤＮＮ欠陥の範疇に入る。そこで、以下、特許文献１に開示されている「ＤＮＮ欠陥」を、本発明者が発見した欠陥である「ＳＳＤ」に置き換えて、特許文献１では、未だ解決されていない課題について説明する。
【００４６】
すなわち、上記特許文献１には、つぎのことは記載されていない。
【００４７】
ａ）ＳＳＤ数を低減するために必要な酸素濃度、窒素濃度の具体的、定量的な数値
ｂ）ＳＳＤ発生の原因となる酸素濃度、窒素濃度以外の具体的な他のパラメータ
ｃ）ＳＳＤ発生の原因となる各パラメータの依存度合い、各パラメータの関係
このためアニールウェーハを製造する上で、発生するＳＳＤの数を正確に予測したり、正確に制御することができない。この結果、アニールウェーハの品質のバラツキ等の問題を招く。たとえば、上述した特許文献１の知見イ）から、酸素濃度のみを単純に減らすという対策が考えられる。しかし、単純に酸素濃度のみを低下させてしまうと、今度はアニールウェーハでスリップが発生し易くなるなどの問題が新たに発生する。このことは特許文献１にも記載されているところである（特許文献１の段落（００２４））。ここで、上記ａ）、ｂ）、ｃ）の知見があれば、ＳＳＤ数を所望の数まで減らし、しかもスリップの発生等の問題も生じない酸素濃度を予測でき、アニールウェーハの品質を安定させることが可能となる。
【００４８】
同様に、上述した特許文献１の知見２）から、シリコン単結晶に窒素を添加しない、あるいは窒素ドープ量を僅かにとどめるという対策が考えられる。しかし、単純にシリコン単結晶に窒素を添加しない、あるいは窒素ドープ量を僅かにとどめることにすると、前述した窒素ドープの利点が損なわれ、ＣＯＰサイズの肥大化を招くとともにゲッタリングサ

イトとしてのＢＭＤを多量に作れなくなるという問題が新たに発生する。ここで、上記ａ）、ｂ）、ｃ）の知見があれば、ＳＳＤ数を所望の数まで減らし、しかもＣＯＰサイズの縮小化、ゲッタリングサイトとしてのＢＭＤを多く形成できる窒素濃度を予測でき、アニールウェーハの品質を安定させることが可能となる。

【００４９】

また、上述したように、直径３００ｍｍサイズのアニールウェーハを製造するには、「低Ｖ/Ｇ領域」に入る結晶育成条件でシリコン単結晶を引上げ成長させることが望ましいとされている。

【００５０】

しかし、「低Ｖ/Ｇ領域」は、特許文献１の知見３）にいう「ＯＳＦが発生しやすい領域」と重なり（図１参照）、回避すべき領域に相当する（「低Ｖ/Ｇ」領域の一部はＲ－ＯＳＦ領域である）。このため上述した特許文献１の知見３）にしたがうとすると、「低Ｖ/Ｇ領域」を回避した領域で、直径３００ｍｍサイズのシリコン単結晶を引上げ成長しなければならず、アニールウェーハの製造する上で望ましいとされている「低Ｖ/Ｇ領域」を有効に使用することができない。

【００５１】

また、特許文献１にいう「ＯＳＦが発生しやすい領域」を回避して「ＯＳＦの発生が少ない領域」に入る結晶育成条件で引上げ成長させたにしても、上記ａ）、ｂ）、ｃ）の知見がないため、ＳＳＤを確実に低減できるという保証はない。

【００５２】

本発明は、こうした実状に鑑みてなされたものであり、アニールウェーハにとって必要不可欠なウェーハ表面におけるＳＳＤ以外のボイド欠陥の低減や、バルク内のゲッタリング源としてのＢＭＤの生成を保証しつつ、ＳＳＤを確実に低減させるようにして、アニールウェーハの品質を安定させることを解決課題とするものである。

【課題を解決するための手段】

【００５３】

第１発明は、

アニール処理が施されたウェーハの表面に発生するＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）を低減させるためのシリコン単結晶の製造方法であって、

シリコン単結晶を融液から引き上げるに際して、シリコン単結晶中の酸素濃度、シリコン単結晶中の窒素濃度、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度の３つのパラメータを制御することによって、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物を減少させること

を特徴とする。

【００５４】

第２発明は、

アニール処理が施されたウェーハの表面に発生するＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度または数に関して、

当該ＳＳＤの密度または数と、シリコン単結晶中の酸素濃度と、シリコン単結晶中の窒素濃度と、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度との間に成立する関係式を用いて予測し、

予測したＳＳＤ密度または数が得られるようなシリコン単結晶中の酸素濃度、シリコン単結晶中の窒素濃度、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度となる結晶育成条件で、シリコン単結晶を引き上げること

を特徴とする。

【００５５】

第３発明は、第２発明において、

ＳＳＤの密度と、シリコン単結晶中の酸素濃度と、シリコン単結晶中の窒素濃度と、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度の間に成立する関係式は、

ＳＳＤ密度をＮssd（個/cm^2）、シリコン単結晶中の酸素濃度をＯｉ（atoms/cm^3）、シリコン単結晶中の窒素濃度をＮ（atoms/cm^3）、シリコン単結晶引上げ時の所定の温度域の冷却速度をＣＲ（℃/min）、Ａを定数としたとき、

$Nssd=A[Oi]^{l}[N]^{m}[CR]^{n}$（ただし、ｌ、ｍ＞０、ｎ＜０）

で表されること

を特徴とする。

【００５６】

第４発明は、

シリコン単結晶中の窒素濃度を、１Ｅ１３～２．５Ｅ１４atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶中の固溶酸素濃度を、１１Ｅ１７～１４Ｅ１７atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶引上げ時の９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度を、２．５°Ｃ/ｍｉｎ以上として、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法であることを特徴とする。

【００５７】

第５発明は、

シリコン単結晶中の窒素濃度を、１Ｅ１３～２．５Ｅ１４atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶中の固溶酸素濃度を、１１Ｅ１７～１４Ｅ１７atoms/cm^3の範囲とし、シリコン単結晶引上げ時の９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度を、１．５°Ｃ/ｍｉｎ以上として、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法であることを特徴とする。

【００５８】

第６発明は、

シリコン単結晶中の窒素濃度が５Ｅ１４atoms/cm^3以下で、シリコン単結晶中の酸素濃度が１４Ｅ１７atoms/cm^3以下であるときに、シリコン単結晶引上げ時の９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度が４．２°Ｃ/ｍｉｎ以上となるように、冷却速度を制御して、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法であることを特徴とする。

【００５９】

第７発明は、

シリコン単結晶中の窒素濃度が５Ｅ１４atoms/cm^3以下で、シリコン単結晶中の酸素濃度が１４Ｅ１７atoms/cm^3以下であるときに、９００°Ｃ～１０００°Ｃの温度範囲における冷却速度が２．８°Ｃ/ｍｉｎ以上となるように、シリコン単結晶引上げ時の冷却速度を制御して、直径が３００ｍｍ以上のシリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法であることを特徴とする。

【００６０】

第８発明は、第３発明において、

シリコン単結晶中の窒素濃度Ｎが５Ｅ１４atoms/cm^3以下で、シリコン単結晶中の酸素濃度が１４Ｅ１７atoms/cm^3以下であるときに、ＳＳＤ密度Ｎssdが所望の値以下となるシリコン単結晶引上げ時の冷却速度ＣＲを請求項３記載の式から求めて、

求められた冷却速度ＣＲとなるように、冷却速度を制御することによって、シリコン単結晶を引き上げるようにした、シリコン単結晶の製造方法であることを特徴とする。

【００６１】

第９発明は、第１発明～第８発明において、

シリコン単結晶を融液から引き上げる処理が行われる炉内に、シリコン単結晶を冷却する冷却手段が設けられ、この冷却手段を用いて冷却速度が制御されること

を特徴とする。

【００６２】

第１０発明は、

第９発明の方法によって製造されたシリコン単結晶から得られたシリコンウェーハにアニール処理が施されたアニールウェーハであって、

ウェーハ表面を、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤの密度が、０．１５個/ｃｍ^2 以下になっている、アニールウェーハであることを特徴とする。

【００６３】

第１１発明は、

ウェーハ表面を、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度が、０．１５個/ｃｍ^2 以下になっている、窒素ドープされているアニールウェーハであって、

当該アニールウェーハの表面を1um程度の深さまで研磨した場合には、前記ＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズの欠陥の密度が、０．０４個/ｃｍ^2 以下にまで低減される、

アニールウェーハであることを特徴とする。

【００６４】

第１２発明は、

窒素ドープされているアニールウェーハであって、

ウェーハ表面を、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度が０．０４個/ｃｍ^2 以下になっている、アニールウェーハであることを特徴とする。

【００６５】

第１３発明は、

窒素ドープされているシリコンウェーハをアニールする工程と、

アニール後に、KLA TENCOR社製パーティクルカウンタＳＰ１測定器を用いてＤＮＮモード測定によって検出すると、検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ（表面の非常に幅広く、浅い形状の凹状欠陥；Surface Shallow Defect）の密度が０．０４個/ｃｍ^2 以下になる深さ以上、なおかつウェーハ内部の欠陥が露出する深さ以下にウェーハ表面を除去する工程と

を含むアニールウェーハの製造方法であることを特徴とする。

【００６６】

第１４発明は、第１３発明において、

ウェーハ表面を除去する手段が研磨であり、ウェーハ表面を除去する深さが１０μｍ以下であることを特徴とする。

【００６７】

本発明者は、実験、シミュレーションの結果から、つぎの知見を得た。

【００６８】

ａ）ＳＳＤ密度Ｎssdを低減するために必要な酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎの具体的、定量的な数値（Ｎssd＝Ａ［Ｏi］^{l}［Ｎ］^{m}［ＣＲ］^{n}（ただし、ｌ、ｍ＞０、ｎ＜０）、図９～図１２）

ｂ）ＳＳＤ発生の原因となる酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎ以外の具体的な他のパラメータ（所定温度域における冷却速度ＣＲ）

ｃ）ＳＳＤ発生の原因となる各パラメータの依存度合い、各パラメータの関係（上記式、図９～図１２）

さらに、本発明者は以下のような知見を得た。

【００６９】

ｄ）窒素ドープされたアニールウェーハ表面で検出されるＤＮＮ欠陥は、非常に浅くて幅広いウェーハ表面に対して凹状の欠陥（ＳＳＤ）である。

【００７０】

ｅ）ＳＳＤによる酸化膜耐圧特性の悪影響は無い。

【００７１】

ｆ）ＳＳＤは、アニールの雰囲気如何にかかわらずアニール後に顕在化する。
【００７２】
ｇ）ＳＳＤは、ウェーハ表面を１μｍ研磨することで、ほぼ消滅するような　アニールウェーハの表面の極く表層に偏在している欠陥である。
【００７３】
上記知見に鑑みて、シリコンウェーハをアニールすると、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物の密度（数）が増大するものと考え、この酸素と窒素に関連した析出物の密度（数）をアニール前のシリコン単結晶６の引上げ成長の過程で、酸素濃度、窒素濃度、冷却濃度という３つのパラメータを制御することによって減らすという手法で、ＳＳＤを減らす（第１発明～第１１発明）か、アニール後にウェーハ表面を所定の深さまで研磨を施すことで、ＳＳＤを減らすようにした（第１２発明、第１３発明、第１４発明）。
【００７４】
ＳＳＤを低減させるための手法には、ＳＳＤ密度（あるいは数）、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲを異ならせてシリコン単結晶６を引き上げる方法がある。
【００７５】
しかし、ＳＳＤ数、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲを異ならせて制御すると、制御内容をその都度変更する必要が生じる。そこで、これを回避するために、ＳＳＤ数の要求スペック、要求スペックとしておよそ要求される固溶酸素濃度の範囲、窒素ドープ量の範囲がわかっていれば、この要求スペックが常に得られるような冷却速度ＣＲ値に固定した上で制御することができる（第４発明～第８発明）。
【００７６】
冷却速度ＣＲの制御には、冷却手段（たとえば冷却筒１４）を用いることができる（第９発明）。冷却手段（たとえば冷却筒１４）を使用することで、シリコン単結晶６の冷却速度ＣＲを高くすることができる。
【００７７】
本発明のシリコン単結晶製造方法（第１発明～第９発明）によって製造されたアニールウェーハ（第１０発明、第１１発明）は、その表面のＳＳＤ密度が極めて小さい（０．１５個/ｃｍ^2 以下）という特徴的なウェーハである。
【００７８】
ＳＳＤ密度が低減されるのみならず、酸素濃度、窒素濃度についても要求スペックを満足している。また、アニールウェーハにとって望ましい低Ｖ/Ｇ領域（図１）に入る成長条件で、シリコン単結晶６を引上げ成長させることができる。
【００７９】
このため本発明によれば、高品質のアニールウェーハを確実に製造することができる。
【００８０】
また、シリコン単結晶６を引上げ成長の過程では、第１発明～第９発明の制御を行うことなくシリコン単結晶６（ただし窒素ドープされている）を製造しておき、その後、そのシリコン単結晶６から得られた窒素ドープされたシリコンウェーハをアニールする工程と、アニール後に、研磨等によってウェーハ表面を内部のCOPなどの欠陥が露出しない程度に除去する工程とを含むアニールウェーハの製造方法を実施することによっても、同様にアニールウェーハ表面のＳＳＤ密度（数）Ｎssdを確実に減らすことができる（第１３、１４発明）。このアニールウェーハ製造方法によって製造されたアニールウェーハ（第１２発明）は、その表面のＳＳＤ密度が極めて小さい（０．０４個/ｃｍ^2 以下）という特徴的なウェーハである。
【発明を実施するための最良の形態】
【００８１】
以下図面を参照して本発明に係るシリコンウェーハ製造方法の実施の形態について説明する。
【００８２】

図３は実施形態に用いられるシリコン単結晶製造装置の構成の一例を側面からみた図である。

【００８３】

同図３に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置１は、単結晶引上げ用容器としてのＣＺ炉（チャンバ）２を備えている。

【００８４】

ＣＺ炉２内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液５として収容する石英るつぼ３が設けられている。石英るつぼ３は、その外側が黒鉛るつぼ１１によって覆われている。石英るつぼ３の外側にあって側方には、石英るつぼ３内の多結晶シリコン原料を加熱して溶融するヒータ９が設けられている。ヒータ９は出力（パワー；ｋＷ）が制御され、融液５に対する加熱量が調整される。たとえば、融液５の温度が検出され、検出温度をフィードバック量とし融液５の温度が目標温度になるように、ヒータ９の出力が制御される。

【００８５】

ヒータ９とＣＺ炉２の内壁との間には、保温筒１３が設けられている。

【００８６】

石英るつぼ３の上方には引上げ機構４が設けられている。引上げ機構４は、引上げ軸４ａと引上げ軸４ａの先端のシードチャック４ｃを含む。シードチャック４ｃによって種結晶１４が把持される。

【００８７】

石英るつぼ３内で多結晶シリコン（Ｓｉ）が加熱され溶融される。融液５の温度が安定化すると、引上げ機構４が動作し融液５からシリコン単結晶（シリコン単結晶インゴット）６が引き上げられる。すなわち引上げ軸４ａが降下され引上げ軸４ａの先端のシードチャック４ｃに把持された種結晶１４が融液５に浸漬される。種結晶１４を融液５になじませた後引上げ軸４ａが上昇する。シードチャック４ｃに把持された種結晶１４が上昇するに応じてシリコン単結晶６（以下シリコン単結晶６という）が成長する。引上げの際、石英るつぼ３は回転軸１０によって回転速度ω1で回転する。また引上げ機構４の引上げ軸４ａは回転軸１０と逆方向にあるいは同方向に回転速度ω2で回転する。

【００８８】

本実施形態では、引き上げられるシリコン単結晶６に窒素を添加（ドープ）するために、石英るつぼ３内の融液５に予め、たとえば窒化膜付きのシリコンウェーハが投入されておかれる。

【００８９】

また回転軸１０は鉛直方向に駆動することができ、石英るつぼ３を上下動させ任意の位置に移動させることができる。

【００９０】

ＣＺ炉２内と外気を遮断することで炉２内は真空（たとえば２０Torr程度）に維持される。すなわちＣＺ炉２には不活性ガスとしてのアルゴンガス７が供給され、ＣＺ炉２の排気口からポンプによって排気される。これにより炉２内は所定の圧力に減圧される。

【００９１】

単結晶引上げのプロセス（１バッチ）の間で、ＣＺ炉２内には種々の蒸発物が発生する。そこでＣＺ炉２にアルゴンガス７を供給してＣＺ炉２外に蒸発物とともに排気してＣＺ炉２内から蒸発物を除去しクリーンにしている。アルゴンガス７の供給流量は１バッチ中の各工程ごとに設定する。

【００９２】

シリコン単結晶６の引上げに伴い融液５が減少する。融液５の減少に伴い融液５と石英るつぼ３との接触面積が変化し石英るつぼ３からの酸素溶解量が変化する。この変化が、引き上げられるシリコン単結晶６中の酸素濃度分布に影響を与える。そこで、これを防止するために、融液５が減少した石英るつぼ３内に多結晶シリコン原料またはシリコン単結晶原料を引上げ後あるいは引上げ中に追加供給してもよい。

【００９３】

石英るつぼ３の上方にあって、シリコン単結晶６の周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽板８（ガス整流筒）が設けられている。熱遮蔽板８は、保温筒１３に支持されている。熱遮蔽板８は、ＣＺ炉２内に上方より供給されるキャリアガスとしてのアルゴンガス７を、融液表面５ａの中央に導き、さらに融液表面５ａを通過させて融液表面５ａの周縁部に導く。そして、アルゴンガス７は、融液５から蒸発したガスとともに、ＣＺ炉２の下部に設けた排気口から排出される。このため液面上のガス流速を安定化することができ、融液５から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。

【００９４】

また熱遮蔽板８は、種結晶１４および種結晶１４により成長されるシリコン単結晶６を、石英るつぼ３、融液５、ヒータ９などの高温部で発生する輻射熱から、断熱、遮蔽する。また熱遮蔽板８は、シリコン単結晶６に、炉内で発生した不純物（たとえばシリコン酸化物）等が付着して、単結晶育成を阻害することを防止する。熱遮蔽板８の下端と融液表面５ａとの間隙のギャップＨの大きさは、回転軸１０を上昇下降させ、石英るつぼ３の上下方向位置を変化させることで調整することができる。また熱遮蔽板８を昇降装置により上下方向に移動させてギャップＨを調整してもよい。

【００９５】

ギャップＨ、引上げ軸４ａの上昇速度等を調整することによって、シリコン単結晶６の成長条件Ｖ/Ｇ（Ｖ：成長速度、Ｇ：結晶の軸方向温度勾配）が制御される。

【００９６】

また石英るつぼ３内への窒素投入量を調整することによって、シリコン単結晶６中の窒素の濃度（窒素添加量；atoms/ｃｍ^3）が制御される。

【００９７】

また引上げ中に、るつぼ回転数ω1、引上げ軸回転数ω2、アルゴンガス流量、炉内圧等を調整することによって、シリコン単結晶６中の酸素濃度（atoms/ｃｍ^3）が制御される。ＣＺ炉２の周囲には、石英るつぼ３内の融液５に対して、水平磁場（横磁場）を印加する磁石１５が設けられている。融液５に対して水平磁場を印加することで、石英るつぼ３内での融液５の対流の発生が抑制され、安定した結晶成長が行われる。また、融液５に水平磁場を印加しながら、るつぼ回転数を調整すると、酸素濃度の制御性が良い。

【００９８】

熱遮蔽板８の内側にあって、引上げ中のシリコン単結晶６を取り囲む位置には、引上げ中のシリコン単結晶６を冷却する冷却筒１４が設けられている。冷却筒１４の冷却能力を調整することによって、シリコン単結晶６の軸方向の温度勾配が変化され、シリコン単結晶６の冷却速度が制御される。例えば、図示しない炉外から冷却水を炉内の冷却筒１４に導き、冷却筒１４の内部を通過する冷却水の流量等を調整することによって、シリコン単結晶６の冷却速度を制御することができる。ただし、シリコン単結晶６を冷却する冷却手段は、任意のものを用いることができる。たとえば熱遮蔽板８とは別に、シリコン単結晶８の周囲に、熱遮蔽板を設けることで、シリコン単結晶６の冷却速度を制御してもよい。

【００９９】

図３の装置によって製造されたシリコン単結晶６のインゴットは切断装置によって切断されて、シリコンウェーハが採取される。シリコンウェーハは、面取り、ラッピング、エッチング、ポリッシング、熱処理前洗浄等の各工程を経て、図２に示すようにアニールされる。

【０１００】

シリコンウェーハは、図４に示すレシピにしたがい、アニールされる。すなわち、所定の昇温速度Ｔ°Ｃ/ｍｉｎで最高温度までランプアップ（昇温）され、１１５０°Ｃ～１２５０°Ｃ程の温度（たとえば１２００°Ｃ）でｔ時間（１時間以上、たとえば１～２時間）の間、維持され、シリコンウェーハにアニールが施される。ついで、所定の降温速度Ｔ°Ｃ/ｍｉｎでランプダウン（降温）され、シリコンウェーハがアニール炉からアンロードされる。また、アニールは、たとえばアルゴンガスの雰囲気で行われる。水素ガスの雰囲気、水素とアルゴンガスとの混合ガスの雰囲気でアニールを行ってもよい。

【０１０１】
つぎに、本発明の知見について説明する。
【０１０２】
本発明者らは、ＳＳＤについて、つぎの知見を得るために実験、シミュレーションを行った。
【０１０３】
ａ）ＳＳＤ数を低減するために必要な酸素濃度、窒素濃度の具体的、定量的な数値
ｂ）ＳＳＤ発生の原因となる酸素濃度、窒素濃度以外の具体的な他のパラメータ
ｃ）ＳＳＤ発生の原因となる各パラメータの依存度合い、各パラメータの関係
まず、結晶育成条件、酸素濃度、窒素濃度を変えて各シリコン単結晶を引上げ、それぞれのシリコンインゴットから切り出したシリコンウェーハにアニールを施した各アニールウェーハ（各試料）の表面のＳＳＤの数を測定した。
【０１０４】
ここで、ＳＳＤとは、市販のパーティクルカウンタＳＰ１のＤＮＮ（ダークフィールドノーマル　ナロー）モードで検出されるウェーハ表面の欠陥である。ＤＮＮモードは、ウェーハに対して垂直にレーザを照射し、欠陥による乱反射の状況を正反射に近い部分で集光し観察するモードである。ＤＮＮモードは、ウェーハ表面のゴミやピット（くぼみ）を検出するのに有効なモードである。
【０１０５】
図５は、各アニールウェーハの表面のＳＳＤ分布とＳＳＤ数を示す。図５（ａ）～（ｅ）（図中上方）は、水素ガス雰囲気でアニールしたアニールウェーハであり、図５（ｆ）～（ｊ）（図中下方）は、アルゴンガス雰囲気でアニールしたアニールウェーハである。ＳＳＤ数は、直径が０．１２μｍ以上のＳＳＤ数と、直径が０．１４μｍ以上のＳＳＤ数を示している。
【０１０６】
図５（ａ）、（ｆ）は、比較例の試料であり、直径２００ｍｍのシリコン単結晶から得られたアニールウェーハである。図５（ａ）、（ｆ）を除く試料は、直径３００ｍｍのシリコン単結晶から得られたアニールウェーハである。ＳＳＤ数を、同じ直径で比較すべく直径３００ｍｍの試料については、直径を２００ｍｍのサイズに加工した上でアニールした。
【０１０７】
図５（ａ）、（ｆ）の比較例の試料は、図１に示す低Ｖ/Ｇの領域よりも、より高速側のＶ－リッチ領域で引き上げられたシリコン単結晶から得られたアニールウェーハである。これに対して、図５（ａ）、（ｆ）の比較例を除く試料は、図１に示す低Ｖ/Ｇの領域で引き上げられたシリコン単結晶から得られたアニールウェーハである。
【０１０８】
図５から、低Ｖ/Ｇ領域に入る結晶育成条件でシリコン単結晶を引き上げた場合には、低Ｖ/Ｇよりも高速側のＶ－リッチ領域に入る条件で結晶育成条件でシリコン単結晶を引き上げた場合よりも、明らかにＳＳＤ数が多いことがわかる。
【０１０９】
図６（ａ）は、横軸を酸素濃度とし、縦軸をＳＳＤ数としたグラフを示す。酸素濃度、窒素濃度、結晶引上げ速度を変えて、各シリコン単結晶を引上げ、各アニールウェーハ毎にＳＳＤ数を測定した。なお、直径が０．１４μｍ以上のＳＳＤをカウントした。図６（ｂ）は、図６（ｂ）の各群Ａ、Ｂ、Ｃ、Ｄの冷却速度、酸素濃度、窒素濃度を表で示している。
【０１１０】
図６にＡで示す群は、窒素ドープされ、低Ｖ/Ｇ領域に入り、低冷却速度となる結晶育成条件で引き上げられたシリコン単結晶から得られた各アニールウェーハの測定結果を示している。このＡ群の冷却速度（°Ｃ/ｍｉｎ）は０．２７～０．３３であり、酸素濃度（×Ｅ１７atoms/cm^3）は１１．２～１３．４であり、窒素濃度（×Ｅ１４atoms/cm^3）は

０．７～１．２である。

【０１１１】

また、図６にＢで示す群は、窒素ドープされ、Ｖ－リッチ領域に入り、中冷却速度となる結晶育成条件で引き上げられたシリコン単結晶から得られた各アニールウェーハの測定結果を示している。このＡ群の冷却速度（°Ｃ/ｍｉｎ）は０．４０～０．４４であり、酸素濃度（×Ｅ１７atoms/cm^3）は１１．４～１２．５であり、窒素濃度（×Ｅ１４atoms/cm^3）は０．６～０．７である。

【０１１２】

また、図６にＣで示す群は、窒素ドープされ、Ｖ－リッチ領域に入り、高冷却速度となる結晶育成条件で引き上げられたシリコン単結晶から得られた各アニールウェーハの測定結果を示している。このＣ群の冷却速度（°Ｃ/ｍｉｎ）は０．７３～０．７７であり、酸素濃度（×Ｅ１７atoms/cm^3）は９．３～１１．４であり、窒素濃度（×Ｅ１４atoms/cm^3）は１．１～１．３である。

【０１１３】

また、図６にＤで示す群は、窒素ドープ無しで、Ｖ－リッチ領域に入り、中冷却速度となる結晶育成条件で引き上げられたシリコン単結晶から得られた各アニールウェーハの測定結果を示している。このＤ群の冷却速度（°Ｃ/ｍｉｎ）は０．３８～０．４２であり、酸素濃度（×Ｅ１７atoms/cm^3）は１４．０～１５．０である。

【０１１４】

図６から、酸素濃度が高い程、ＳＳＤ数が多くなる傾向があるということがわかる。

【０１１５】

同じ中冷却速度であるＢ群、Ｄ群を対比すると、窒素ドープ無しのＤ群よりも窒素ドープ有りのＢ群の方が、ＳＳＤ数が多い。このことから、窒素濃度が高い程、ＳＳＤ数が多くなる傾向があるということがわかる。

【０１１６】

また、窒素がドープされているＡ群、Ｂ群、Ｃ群を対比すると、高冷却速度のＣ群よりも、中冷却速度のＢ群の方が、ＳＳＤ数が多く、中冷却速度のＢ群よりも低冷却速度のＡ群の方が、ＳＳＤ数が多い。このことから、冷却速度が低い程、ＳＳＤ数が多くなる傾向があるということがわかる。

【０１１７】

シリコン単結晶の直胴部ボトム側では、テール部を作成するために他の部分よりも冷却速度が大きくなる。そこで、更に冷却速度とＳＳＤとの関係を調べた。

【０１１８】

図７は、横軸をシリコン単結晶６の位置とし、左縦軸を酸素濃度Ｏi、右縦軸をＳＳＤ数としたグラフを示す。図７の横軸にシリコン単結晶６のインゴットを模式的に示している。図７の横軸の図中左側がシリコン単結晶６のインゴットの直胴部トップ側であり、図中右側がシリコン単結晶６のインゴットの直胴部ボトム側である。なお、直径が０．１４μｍ以上のＳＳＤをカウントした。

【０１１９】

同図７で○で示すプロットは、酸素濃度を示し、×で示すプロットはＳＳＤ数である。

【０１２０】

図７から、酸素濃度（○）の増加に応じて、ＳＳＤ数（×）が増加しており、酸素濃度（○）とＳＳＤ数（×）との間に相関があることがわかる。ただし、シリコン単結晶のボトム側は、テール作成の影響を受け冷却速度が遅くなる部分Eと、テール作成後の結晶冷却工程の影響を受け冷却速度が速くなる部分Fでは、他の直胴部分よりも冷却速度が異なるため、酸素濃度（○）と、ＳＳＤ数（×）とは相関しない傾向がみられた。

【０１２１】

図７の「冷却速度が遅くなる部分」Ｅ、「冷却速度が速くなる部分」Ｆをみてわかることは、冷却速度が速くなるほど、ＳＳＤ数が少なくなる傾向があるということである。

【０１２２】

以上のことから、アニールウェーハ表面におけるＳＳＤ密度Ｎssdは、酸素濃度Ｏｉ（atoms/ｃｍ^3）、窒素濃度Ｎ（atoms/ｃｍ^3）、所定温度域の冷却速度ＣＲ（°Ｃ/ｍｉｎ）をパラメータとして算出されるのではないかと考えた。

【０１２３】

そこで、これまでの実験結果に基づいて重回帰分析により、ＳＳＤ密度Ｎssdを推定する式（以下、ＳＳＤ密度推定式）を以下のように求めた。

【０１２４】

$$Nssd = A[Oi]^{l}[N]^{m}[CR]^{n}$$（ただし、ｌ、ｍ＞０、ｎ＜０）

…（１）

上記Ａ、ｌ、ｍ、ｎの値は、ＳＳＤと判断する欠陥直径のしきい値、アニールウェーハの直径、冷却速度の温度域によって変化する定数である。

【０１２５】

アニールウェーハの直径が３００ｍｍで、冷却速度の温度域が９５０°Ｃのときに、直径０．１４μｍ以上の欠陥をＳＳＤと判断する場合の各値は、以下のとおりであった。

【０１２６】

Ａ＝ｅｘｐ（－４２０．０）

ｌ＝９．０

ｍ＝１．３

ｎ＝－１．７

図８は、横軸を、前述した測定器ＳＰ１を用いてＤＮＮモードで、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面を測定して得られたＳＳＤ数実測値とし、縦軸を、ＳＳＤ密度推定式（（１）式）により求められた直径３００ｍｍのアニールウェーハのＳＳＤ密度を、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面のＳＳＤ数に換算して得られたＳＳＤ数推定値として、これらＳＳＤ実測値とＳＳＤ推定値との対応関係を示している。Ｐt1は、個々の対応点であり、Ｌ1は、各対応点Ｐt1から得られた対応ラインである。同図８からわかるように、ＳＳＤ数の推定値は、実測値にほぼ一致した。

【０１２７】

図９は、ＳＳＤ密度推定式（（１）式）から求められた対応ラインＬ21、Ｌ22、Ｌ23、Ｌ24を示す。図９の横軸は酸素濃度Ｏｉ（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3）であり、縦軸は温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度（°Ｃ/ｍｉｎ）である。対応ラインＬ21、Ｌ22、Ｌ23、Ｌ24はそれぞれ、窒素濃度Ｎ（atoms/ｃｍ^3）を５Ｅ１３、１Ｅ１４、２．５Ｅ１４、５Ｅ１４としたときの酸素濃度Ｏｉ（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3）と、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面でＳＳＤ密度を０．１５個/ｃｍ^{2}以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数１００個以下）にするために必要な冷却速度ＣＲとの関係を示している。なお、図９におけるＳＳＤ密度は、直径０．１４μｍ以上のＳＳＤの密度である。

【０１２８】

したがって、図９に示す対応ラインＬ21、Ｌ22、Ｌ23、Ｌ24に基づいて、酸素濃度Ｏｉ、窒素濃度Ｎをパラメータとして、ＳＳＤ密度を０．１５個/ｃｍ２以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１２９】

シリコン単結晶は、窒素濃度Ｎを、２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3）程度あるいはそれ以下の値、酸素濃度Ｏiを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3）程度あるいはそれ以下の値とする結晶育成条件で引き上げられることが多い。図９より、窒素濃度Ｎが、２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3）で、酸素濃度Ｏiが１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3）であるときの冷却速度ＣＲは、２．５（°Ｃ/ｍｉｎ）である。よって、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、２．５（°Ｃ/ｍｉｎ）以上に制御してシリコン単結晶を引き上げれば、窒素濃度Ｎを２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3）程度あるいはそれ以下に調整し、酸素濃度Ｏiを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3）程度あるいはそれ以下に調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密

度を、確実に、０．１５個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数１００個以下）に低減することができる。

【０１３０】

同様に、図１０は、ＳＳＤ密度推定式（（１）式）から求められた対応ラインＬ31、Ｌ32、Ｌ33、Ｌ34を示す。図１０の横軸は酸素濃度Ｏｉ（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）であり、縦軸は温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度（°Ｃ/ｍｉｎ）である。対応ラインＬ31、Ｌ32、Ｌ33、Ｌ34はそれぞれ、窒素濃度Ｎ（atoms/ｃｍ^3 ）を５Ｅ１３、１Ｅ１４、２．５Ｅ１４、５Ｅ１４としたときの酸素濃度Ｏｉ（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）と、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面でＳＳＤ密度を０．３個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数２００個以下）にするために必要な冷却速度ＣＲとの関係を示している。なお、図１０におけるＳＳＤ密度は、直径０．１４μｍ以上のＳＳＤの密度である。

【０１３１】

したがって、図１０に示す対応ラインＬ31、Ｌ32、Ｌ33、Ｌ34に基づいて、酸素濃度Ｏｉ、窒素濃度Ｎをパラメータとして、ＳＳＤ密度を０．３個/ｃｍ^2 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１３２】

図９の場合と同様に、図１０の対応ラインＬ31、Ｌ32、Ｌ33、Ｌ34から、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、１．５（°Ｃ/ｍｉｎ）以上に制御してシリコン単結晶を引き上げれば、窒素濃度Ｎを２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下に調整し、酸素濃度Ｏｉを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下に調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．３個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数２００個以下）に低減することができるということがわかる。

【０１３３】

図１１は、ＳＳＤ密度推定式（（１）式）から求められた等冷却速度線Ｌ41…を示す。図１１の横軸は酸素濃度Ｏｉ（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ）であり、縦軸は窒素濃度Ｎ（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ）である。横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ）である。縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値は、５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ）である。各等冷却速度線Ｌ41…はそれぞれ、任意の酸素濃度Ｏｉ（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ）の値、任意の窒素濃度Ｎ（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ）の値において、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面でＳＳＤ密度を０．１５個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数１００個以下）にするために必要な冷却速度ＣＲ（°Ｃ/ｍｉｎ）を示している。

【０１３４】

したがって、図１１に示す等冷却速度線Ｌ41…に基づいて、酸素濃度Ｏｉ、窒素濃度Ｎをパラメータとして、ＳＳＤ密度を０．１５個/ｃｍ^2 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１３５】

シリコン単結晶は、通常、窒素濃度Ｎを、５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の値とし、酸素濃度Ｏｉを、１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）以下の値とする結晶育成条件で引き上げられる。図１１より、窒素濃度Ｎが５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）で、酸素濃度Ｏｉが１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）であるときの等冷却速度線（横軸の最大値、縦軸の最大値に対応する冷却速度）は、４．２（°Ｃ/ｍｉｎ）である。よって、

温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、４．２（°Ｃ/ｍｉｎ）以上に制御してシリコン単結晶を引き上げれば、通常の窒素濃度、酸素濃度の範囲、つまり窒素濃度Ｎを５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の範囲で調整し、酸素濃度Ｏｉを１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ；横軸

の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）以下の範囲で調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．１５個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数１００個以下）に低減することができる。

【０１３６】

図１２は、ＳＳＤ密度推定式（（１）式）から求められた等冷却速度線Ｌ51…を示す。図１２の横軸は酸素濃度Ｏｉ（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ）であり、縦軸は窒素濃度Ｎ（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ）である。横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ）である。縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値は、５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ）である。各等冷却速度線Ｌ51…はそれぞれ、任意の酸素濃度Ｏｉ（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ）の値、任意の窒素濃度Ｎ（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ）の値において、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面でＳＳＤ密度を０．３個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数２００個以下）にするために必要な冷却速度ＣＲ（°Ｃ/ｍｉｎ）を示している。

【０１３７】

したがって、図１２に示す等冷却速度線Ｌ51…に基づいて、酸素濃度Ｏｉ、窒素濃度Ｎをパラメータとして、ＳＳＤ密度を０．３個/ｃｍ^2 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１３８】

よって、図１１と同様に、図１２に示す各等冷却速度線Ｌ51…から、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、２．８（°Ｃ/ｍｉｎ）以上に制御してシリコン単結晶を引き上げれば、通常の窒素濃度、酸素濃度の範囲、つまり窒素濃度Ｎを５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の範囲で調整し、酸素濃度Ｏｉを１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）以下の範囲で調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．３個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数２００個以下）に低減することができるということがわかる。

【０１３９】

つぎに、ＳＳＤ発生のメカニズム、ＳＳＤの形状、大きさについての知見について説明する。

【０１４０】

以上のように、実験、シミュレーションの結果から、つぎの知見が得られた。

【０１４１】

ａ）ＳＳＤ密度（あるいは数）を低減するために必要な酸素濃度、窒素濃度の具体的、定量的な数値（（１）式、図９～図１２）

ｂ）ＳＳＤ発生の原因となる酸素濃度、窒素濃度以外の具体的な他のパラメータ（所定温度域における冷却速度ＣＲ）

ｃ）ＳＳＤ発生の原因となる各パラメータの依存度合い、各パラメータの関係（（１）式、図９～図１２）

これら知見ａ）、ｂ）、ｃ）より、ＳＳＤとは、シリコン単結晶を引き上げるときに発生した結晶内部の酸素と窒素に関連した析出物が、アニールされることによって、その酸素と窒素に関連した析出物を核として、ウェーハ表層でパーティクルカウンタＳＰ１のＤＮＮモードで検出されやすい形態の欠陥に成長されたものであると考えられる。

【０１４２】

よって、前述したように、酸素濃度、窒素濃度、冷却速度の各パラメータを制御してシリコン単結晶を引き上げられれば、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物をアニール前の段階において消滅ないしは縮小させることができ、アニール後においてＳＳＤとして顕在化することを抑制できるものと考えられる。

【０１４３】

そこで、更にＳＳＤの特徴を調べるために、MAGICS（レーザーテック製ウェーハ欠陥検査レビュー装置M350H）測定、AFM（SEIKO Instruments Inc.SPA-460）測定を行った。

【０１４４】
図１３（ａ）、（ｂ）は、アニールウェーハ表面をMAGICS測定した結果を示す。同図１３（ａ）、（ｂ）から、ＳＳＤは、ウェーハ表面に対して凹状の欠陥であるということがわかる。
【０１４５】
また、図１３（ｃ）、（ｄ）は、アニールウェーハ表面をAFM測定した結果を示す。同図１３（ｃ）、（ｄ）からも、ＳＳＤは、ウェーハ表面に対して凹の欠陥であるということがわかる。また、ＳＳＤは、幅０．５～２．５μｍ、深さ２～５ｎｍ程度の非常になだらかな窪み、つまり非常に浅くて幅広い形状を有する凹状の欠陥であるということがわかる。
【０１４６】
また、アニールの雰囲気を変えて行ったが、アルゴンガス雰囲気、水素ガス雰囲気あるいはこれらアルゴンガス、水素ガスの混合ガスの雰囲気にかかわらず、ＳＳＤが顕在化するという結果が得られた。特に、アニールの雰囲気による影響はなかった。
【０１４７】
上述したように、ＳＳＤが、非常に浅い凹欠陥であるという点に鑑み、研磨によって消滅されるのではないかと考え、アニールウェーハの表面を研磨して、ＳＰ１のＤＮＮモードで測定した。
【０１４８】
図１４は、アニール直後のウェーハの表面（図中、「アニール後」で示す）をＳＰ１を用いてＤＮＮモードで測定した結果と、アニール後に、ウェーハ表面を１μｍの深さまで研磨したウェーハの表面（図中、「研磨後」）をＳＰ１を用いてＤＮＮモードで測定した結果とを対比して示す。図６に示すＤ群を構成するアニールウェーハ、Ｂ群を構成するアニールウェーハ、Ａ群を構成するアニールウェーハそれぞれについて、「アニール後」、「研磨後」の両方を測定して対比した。なお、直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で検出される直径０．１４μｍ以上のＳＳＤをカウントした。
【０１４９】
図１４からわかるように、Ａ群を構成するアニールウェーハについては、アニール直後に、ウェーハ表面にＳＳＤが多数（９９９個）あったものが、１μｍだけウェーハ表面を研磨することによって、飛躍的に低減（２個）されている。
【０１５０】
さらに研磨によるＳＳＤの低減効果を調べるために、酸素濃度、窒素濃度、冷却速度が異なる各種、多数の試料について実験を行った。
【０１５１】
図１５は、アニール直後のウェーハの表面（図中、「アニール後」で示す）をＳＰ１を用いてＤＮＮモードで、各試料＃１～１０について測定した結果と、アニール後に、ウェーハ表面を１μｍの深さまで研磨したウェーハの表面（図中、「研磨後」）をＳＰ１を用いてＤＮＮモードで、各試料＃１～＃１０について測定した結果とを対比して示す。
【０１５２】
図１５からわかるように、アニール直後に、ウェーハ表面にＳＳＤが多数（各試料＃１～１０のうち最低でも２５０個）あったものが、１μｍだけウェーハ表面を研磨することによって、飛躍的に低減（各試料＃１～１０最大でも２６個）されている。以上のことから、アニール後のウェーハの表面を１μｍ研磨すれば、直径３００ｍｍサイズのウェーハで、高々３０個（面密度換算で０．０４個/ｃｍ^2）以下まで低減されるものと考えられる。
【０１５３】
以上のことからＳＳＤは、アニールウェーハの極く表層の研磨、つまり1um程度の研磨で、ほぼ消滅する極く表層に偏在している欠陥であると考えられる。
【０１５４】
また、ＳＳＤを多数含んだアニールウェーハについて、酸化膜耐圧特性の実験を行った

。この実験によれば、ＴＺＤＢ試験、ＴＤＤＢ試験にかかわらず、ほぼ１００％の良品率であるという評価が得られた。

【０１５５】

以上のように、本発明者は以下のような知見を得た。

【０１５６】

ｄ）窒素ドープされたアニールウェーハには、非常に浅くて幅広い、ウェーハ表面に対して凹状の欠陥（ＳＳＤ）が発生している。

【０１５７】

ｅ）ＳＳＤによる酸化膜耐圧特性の悪影響は無い。

【０１５８】

ｆ）ＳＳＤは、アニールの雰囲気如何にかかわらずアニール後に顕在化する。

【０１５９】

ｇ）ＳＳＤは、ウェーハ表面を1um程度研磨することで、ほぼ消滅するような　アニールウェーハの表面の極く表層に偏在している欠陥である。

【０１６０】

以上のようなａ）～ｇ）の知見に鑑みて、高品質のアニールウェーハを工業的に製造する上で好適な各実施例について以下説明する。

【０１６１】

（実施例１）

実施例１の製造方法では、図３に示す単結晶引上げ装置１を用いて、シリコン単結晶６を融液５から引き上げるに際して、酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎ、所定の温度域の冷却速度ＣＲの３つのパラメータを制御することによって、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物の密度または数を減少させる。

【０１６２】

ここで、酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎ、所定の温度域の冷却速度ＣＲの３つのパラメータの制御は、前述した（１）式、$Nssd = A[Oi]^{l}[N]^{m}[CR]^{n}$（ただし、ｌ、ｍ＞０、ｎ＜０）を用いて行う。

【０１６３】

石英るつぼ３内への窒素投入量を調整することによって、シリコン単結晶６中の窒素濃度Ｎ（窒素添加量；atoms/cm^3）が制御される。

【０１６４】

また、引上げ中に、るつぼ回転数ω1、引上げ軸回転数ω2、アルゴンガス流量、炉内圧等を調整することによって、シリコン単結晶６中の酸素濃度Ｏi（atoms/cm^3）が制御される。また、磁石１５によって融液５に水平磁場を印加しながら、るつぼ回転数を調整することで、酸素濃度Ｏiの制御する。

【０１６５】

また、冷却筒１４の冷却能力を調整することによって、シリコン単結晶６の冷却速度が制御される。なお、前述したように冷却筒１４以外の冷却手段を使用してシリコン単結晶６の冷却速度を制御してもよい。

【０１６６】

また、ギャップＨ、引上げ軸４ａの上昇速度等を調整することによって、シリコン単結晶６の成長条件Ｖ/Ｇ（Ｖ：成長速度、Ｇ：結晶の軸方向温度勾配）が制御される。たとえば、図１に示す低Ｖ/Ｇ領域に入るように成長条件Ｖ/Ｇが制御される。

【０１６７】

その後、引き上げられたシリコン単結晶６をアニールしてアニールウェーハを製造する。

【０１６８】

このように、酸素濃度、窒素濃度、冷却速度を適宜調整することで、アニールウェーハ表面のＳＳＤ密度Ｎssdを減少させることができる。すなわち、本実施例１によれば、従来、低Ｖ/Ｇ領域に入る条件でシリコン単結晶を引き上げるとＳＳＤが多数発生していた

が、低Ｖ/Ｇ領域に入る条件でシリコン単結晶６を引き上げたとしても、ウェーハ表面のＳＳＤを飛躍的に低減させることができる。

【０１６９】

（実施例２）

実施例２の製造方法では、まず、ウェーハ表面で検出されるＳＳＤの密度Ｎssdを、ＳＳＤ密度Ｎssdと、シリコン単結晶６中の酸素濃度Ｏiと、シリコン単結晶６中の窒素濃度と、シリコン単結晶６の引上げ時の所定の温度域の冷却速度ＣＲとの間に成立する関係式を用いて予測する。ここで、ＳＳＤ密度Ｎssdは、前述した（１）式、$Nssd=A[Oi]^{l}[N]^{m}[CR]^{n}$（ただし、ｌ、ｍ＞０、ｎ＜０）を用いて予測する。

【０１７０】

つぎに、予測したＳＳＤ密度Ｎssdが得られるような酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎ、所定の温度域の冷却速度ＣＲとなる結晶育成条件で、シリコン単結晶６を融液５から引き上げる。

【０１７１】

上記（１）式の変数は、４つあるため３のパラメータが定まれば、残りの１つのパラメータが定まる。たとえば、ＳＳＤ密度の値と、ゲッタリング能力を決める酸素析出物密度、ウェーハ表面の無欠陥層の厚みなどの品質を満足するのに必要な要求スペックとしての酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎの値を与えれば、残りの冷却速度ＣＲが定まる。

【０１７２】

このように求められた冷却速度ＣＲが得られるように冷却筒１４の冷却能力を調整すればよい。酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎの具体的な制御手段は、実施例１と同様である。

【０１７３】

その後、引き上げられたシリコン単結晶６をアニールしてアニールウェーハを製造する。この結果、アニールウェーハ表面のＳＳＤ密度Ｎssdを、予測した所望の値まで減少させることができる。

【０１７４】

図１６は、試験毎に、ＳＳＤ密度Ｎssdの所望する値を異ならせてシリコン単結晶６を引き上げたときの冷却速度、酸素濃度、窒素濃度、ＳＳＤ実測密度、ＳＳＤ推定密度を表にて示している。なお、ＳＳＤは、直径１４０ｎｍ以上のサイズを対象としている。

【０１７５】

同図１６に示すように、試験ＮＯ．１、ＮＯ．２、ＮＯ．３、ＮＯ．４ではそれぞれ、上記（１）式を用いて、ＳＳＤ推定密度Ｎssdが、０．１５（個/cm^2）以下の所望の各値（０．５４、０．０７、０．０６、０．１４）となるように、９５０°Ｃにおける冷却速度ＣＲ（０．２９、０．４２、０．７５、０．３５°Ｃ/ｍｉｎ）、酸素濃度Ｏi（１２．４０、１１．７０、１１．４１、１１．６４×Ｅ１７atoms/cm^3）、窒素濃度Ｎ（９．９、５．０、１０．８０、６．８×Ｅ１３atoms/cm^3）を求めて、シリコン単結晶６を引き上げた。

【０１７６】

表には、各試験ＮＯ．１、ＮＯ．２、ＮＯ．３、ＮＯ．４で引き上げられたシリコン単結晶６から製造されたアニールウェーハ表面をＳＰ１を用いてＤＮＮモードで測定して得られたＳＳＤ実測密度（０．４０、０．１０、０．０６、０．１０）をそれぞれ、示している。

【０１７７】

また、本実施例に対する比較例として、試験ＮＯ．５、ＮＯ．６、ＮＯ．７、ＮＯ．８を行い、ＳＳＤ推定密度Ｎssdが、０．１５（個/cm^2）を超えるような所望の各値（１．６２、０．１６、１．４５、２．１２）となるように、９５０°Ｃにおける冷却速度ＣＲ（０．３２、０．３７、０．７２、０．２７°Ｃ/ｍｉｎ）、酸素濃度Ｏi（１３．７７、１２．１３、１３．８４、１３．６３×Ｅ１７atoms/cm^3）、窒素濃度Ｎ（１２．６、６．２、３２．３、１３．３×Ｅ１３atoms/cm^3）を求めてシリコン単結晶６を引き上げた。

【０１７８】
表には、各試験ＮＯ．５、ＮＯ．６、ＮＯ．７、ＮＯ．８で引き上げられたシリコン単結晶６から製造されたアニールウェーハ表面をＳＰ１を用いてＤＮＮモードで測定して得られたＳＳＤ実測密度（１．９４、０．１６、１．５９、２．４８）をそれぞれ、示している。
【０１７９】
図１７は、横軸を、ＳＳＤ推定密度とし、縦軸を、ＳＳＤ実測密度として、各試験ＮＯ．１～ＮＯ．８のＳＳＤ推定密度と各試験ＮＯ．１～ＮＯ．８のＳＳＤ実測密度との対応関係を示している。Ｐt2は、個々の対応点であり、Ｌ6は、各対応点Ｐt2から得られた対応ラインである。同図１７からわかるように、ＳＳＤ推定密度は、ＳＳＤ実測密度にほぼ一致しており、ＳＳＤ密度を予測してシリコン単結晶６を引き上げると、アニールウェーハ表面のＳＳＤを、ほぼ狙い通りに精度よく所望の値まで低減することができた。
【０１８０】
（実施例３）
図１６では、ＳＳＤ数、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲを異ならせてシリコン単結晶６を引き上げるようにしている。
【０１８１】
しかし、ＳＳＤ数、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲを異ならせて制御すると、制御内容をその都度変更する必要が生じる。そこで、これを回避するために、ＳＳＤ数の要求スペック、要求スペックとしておよそ要求される固溶酸素濃度の範囲、窒素ドープ量の範囲がわかっていれば、この要求スペックが常に得られるような冷却速度ＣＲ値に固定して制御を行うようにしてもよい。
【０１８２】
前述したように、図９に示す対応ラインＬ21、Ｌ22、Ｌ23、Ｌ24あるいは図１１に示す等冷却速度線Ｌ41…に基づいて、酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎをパラメータとして、直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ密度を０．１５個/ｃｍ^2 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。
【０１８３】
シリコン単結晶６は、窒素ドープ量Ｎを、２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の値（ただし下限は１Ｅ１３atoms/ｃｍ^3 ）、固溶酸素濃度Ｏiを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の値（ただし下限は１１×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）とする結晶育成条件で引き上げられることが多い。図９、図１１より、窒素濃度Ｎが、２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）で、酸素濃度Ｏiが１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）であるときの冷却速度ＣＲは、２．５（°Ｃ/ｍｉｎ）である。
よって、本実施例では、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、２．５（°Ｃ/ｍｉｎ）以上の値（たとえば2．５°Ｃ/ｍｉｎ）に制御してシリコン単結晶６を引き上げる。なお、冷却速度ＣＲの制御は、冷却筒１４の冷却能力を調整することによって行う。
【０１８４】
一方、窒素ドープ量Ｎ、固溶酸素濃度Ｏiについては、要求スペックに応じた値となるように制御される。
【０１８５】
これにより、窒素ドープ量Ｎを２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の範囲、つまり１Ｅ１３～２．５Ｅ１４atoms/ｃｍ^3 の範囲に調整し、固溶酸素濃度Ｏiを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の範囲、つまり１１×Ｅ１７～１４×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 の範囲に調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．１５個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数１００個以下）に低減することができる。
【０１８６】
本実施例によれば、冷却速度ＣＲ値を同じ値に固定することができるので、ＳＳＤ数、

固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲの制御内容をその都度変更する必要がない。

【０１８７】

（実施例４）

上記実施例３と同様に、図１０に示す対応ラインＬ31、Ｌ32、Ｌ33、Ｌ34あるいは図１２に示す等冷却速度線Ｌ42…に基づいて、酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎをパラメータとして、直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ密度を０．３個/ｃｍ^2 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１８８】

シリコン単結晶６は、窒素ドープ量Ｎを、２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の値（ただし下限は１Ｅ１３atoms/ｃｍ^3 ）、固溶酸素濃度Ｏiを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の値（ただし下限は１１×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）とする結晶育成条件で引き上げられることが多い。図１０、図１２より、窒素濃度Ｎが、２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）で、酸素濃度Ｏiが１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）であるときの冷却速度ＣＲは、１．５（°Ｃ/ｍｉｎ）である。

よって、本実施例では、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、１．５（°Ｃ/ｍｉｎ）以上の値（たとえば２．５°Ｃ/ｍｉｎ）に制御してシリコン単結晶６を引き上げる。なお、冷却速度ＣＲの制御は、冷却筒１４の冷却能力を調整することによって行う。

【０１８９】

一方、窒素ドープ量Ｎ、固溶酸素濃度Ｏiについては、要求スペックに応じた値となるように制御される。

【０１９０】

これにより、窒素ドープ量Ｎを２．５Ｅ１４（atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の範囲、つまり１Ｅ１３～２．５Ｅ１４atoms/ｃｍ^3 の範囲に調整し、固溶酸素濃度Ｏiを１４（×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 ）程度あるいはそれ以下の範囲、つまり１１×Ｅ１７～１４×Ｅ１７atoms/ｃｍ^3 の範囲に調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．３個/ｃｍ^2 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数２００個以下）に低減することができる。

【０１９１】

本実施例によれば、冷却速度ＣＲ値を同じ値に固定することができるので、ＳＳＤ数、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲの制御内容をその都度変更する必要がない。

【０１９２】

（実施例５）

実施例３と同様に、図１１に示す等冷却速度線Ｌ41…に基づいて、酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎをパラメータとして、直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ密度を０．１５個/ｃｍ^2 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１９３】

シリコン単結晶６は、通常、窒素濃度Ｎを、５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の値とし、酸素濃度Ｏiを、１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ；横軸の酸素濃度Ｏiの範囲の最大値）以下の値とする結晶育成条件で引き上げられる。図１１より、窒素濃度Ｎが５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^3 ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）で、酸素濃度Ｏiが１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^3 ；横軸の酸素濃度Ｏiの範囲の最大値）であるときの等冷却速度線（横軸の最大値、縦軸の最大値に対応する冷却速度）は、４．２（°Ｃ/ｍｉｎ）である。

【０１９４】

よって、本実施例では、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、４．２（°Ｃ/ｍｉｎ）以上の値（たとえば４．２°Ｃ/ｍｉｎ）に制御して、シリコン単結晶５を引き上げる。なお、冷却速度ＣＲの制御は、冷却筒１４の

冷却能力を調整することによって行う。

【０１９５】

一方、窒素ドープ量Ｎ、固溶酸素濃度Ｏｉについては、要求スペックに応じた値となるように制御される。

【０１９６】

これにより、通常の窒素濃度、酸素濃度の範囲、つまり窒素濃度Ｎを５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^{3} ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の範囲内で調整し、酸素濃度Ｏｉを１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^{3} ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）以下の範囲内で調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．１５個/ｃｍ^{2} 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数１００個以下）に低減することができる。

【０１９７】

本実施例によれば、冷却速度ＣＲ値を同じ値に固定することができるので、ＳＳＤ数、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲの制御内容をその都度変更する必要がない。

【０１９８】

（実施例６）

実施例４と同様に、図１２に示す等冷却速度線Ｌ51…に基づいて、酸素濃度Ｏｉ、窒素濃度Ｎをパラメータとして、直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤ密度を０．３個/ｃｍ^{2} 以下とするために必要な冷却速度ＣＲを求めることができる。

【０１９９】

シリコン単結晶６は、通常、窒素濃度Ｎを、５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^{3} ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の値とし、酸素濃度Ｏｉを、１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^{3} ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）以下の値とする結晶育成条件で引き上げられる。図１１より、窒素濃度Ｎが５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^{3} ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）で、酸素濃度Ｏｉが１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^{3} ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）であるときの等冷却速度線（横軸の最大値、縦軸の最大値に対応する冷却速度）は、２．８（°Ｃ/ｍｉｎ）である。

【０２００】

よって、本実施例では、温度９００°Ｃ～１０００°Ｃ（たとえば９５０°Ｃ）における冷却速度ＣＲを、２．８（°Ｃ/ｍｉｎ）以上の値（たとえば２．８°Ｃ/ｍｉｎ）に制御して、シリコン単結晶５を引き上げる。なお、冷却速度ＣＲの制御は、冷却筒１４の冷却能力を調整することによって行う。

【０２０１】

一方、窒素ドープ量Ｎ、固溶酸素濃度Ｏｉについては、要求スペックに応じた値となるように制御される。

【０２０２】

これにより、通常の窒素濃度、酸素濃度の範囲、つまり窒素濃度Ｎを５（×１０^{14} atoms/ｃｍ^{3} ；縦軸の窒素濃度Ｎの範囲の最大値）以下の範囲内で調整し、酸素濃度Ｏｉを１４（×１０^{17} atoms/ｃｍ^{3} ；横軸の酸素濃度Ｏｉの範囲の最大値）以下の範囲内で調整している限りにおいては、直径３００ｍｍのアニールウェーハの表面のＳＳＤ密度を、確実に、０．３個/ｃｍ^{2} 以下（直径３００ｍｍのアニールウェーハ表面で欠陥数２００個以下）に低減することができる。

【０２０３】

本実施例によれば、冷却速度ＣＲ値を同じ値に固定することができるので、ＳＳＤ数、固溶酸素濃度、窒素ドープ量の要求スペック毎に、冷却速度ＣＲの制御内容をその都度変更する必要がない。

【０２０４】

（実施例７）

実施例５、実施例６ではそれぞれ、窒素濃度Ｎが５Ｅ１４atoms/ｃｍ^{3} 以下で、酸素濃

度Ｏiが１４Ｅ１７atoms/ｃｍ^{3}以下であるときに、ＳＳＤ密度Ｎssdが０．１５個/ｃｍ^{2}以下、０．３個/ｃｍ^{2}以下となる冷却速度ＣＲを、ＳＳＤ密度推定式（（１）式）、具体的には図１１、図１２の等冷却速度線から求めて、求められた冷却速度ＣＲとなるように、冷却速度を制御することによって、シリコン単結晶６を引き上げるようにしている。しかし、本発明としては、ＳＳＤ密度Ｎssdを低減させたい値は、これら０．１５個/ｃｍ^{2}以下、０．３個/ｃｍ^{2}以下に限定されるわけではない。

【０２０５】

よって、同様な考え方により、ＳＳＤ密度Ｎssdが所望の値以下になるように冷却速度ＣＲを求める実施も可能である。

【０２０６】

すなわち、図１１、図１２の等冷却速度線と同様に、ＳＳＤ密度Ｎssdが所望の値以下になる等冷却速度線を予め用意し、この等冷却速度線を用いて、窒素濃度Ｎが５Ｅ１４atoms/ｃｍ^{3}以下で、酸素濃度Ｏiが１４Ｅ１７atoms/ｃｍ^{3}以下であるときに、ＳＳＤ密度Ｎssdが所望の値以下となる冷却速度ＣＲを求めて、求められた冷却速度ＣＲとなるように、冷却速度を制御することによって、シリコン単結晶６を引き上げる実施も可能である。

【０２０７】

上述した各実施例の製造方法によって製造されたアニールウェーハは、市販のパーティクルカウンタＳＰ１を用いてＤＮＮモードで測定したときに、ウェーハ表面で検出されるＳＳＤの密度が確実に所望の値まで低減されている。特に実施例２、実施例３、実施例５の製造方法によって製造されたアニールウェーハについては、市販のパーティクルカウンタＳＰ１を用いてＤＮＮモードで測定したときに、ウェーハ表面で検出される直径１４０nm以上のサイズの欠陥の密度が０．１５個/ｃｍ^{2}以下まで確実に低減されており、欠陥低減効果がとりわけ高い。

【０２０８】

しかも、酸素濃度、窒素濃度についても要求スペックを満足している。また、アニールウェーハにとって望ましい低Ｖ/Ｇ領域（図１）に入る成長条件で、シリコン単結晶６を引上げ成長させることができる。

【０２０９】

このため本実施例によれば、高品質のアニールウェーハを確実に製造することができる。

【０２１０】

（実施例８）

上述した実施例１～７のシリコン単結晶製造方法は、酸素濃度Ｏi、窒素濃度Ｎ、冷却速度ＣＲの３つのパラメータを制御しつつシリコン単結晶６を引上げ成長することで、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物を減らし、アニールウェーハ表面のＳＳＤ密度Ｎssdを減らすという製造方法である。

【０２１１】

しかし、シリコン単結晶６を引上げ成長の過程では、上述した制御を行うことなくシリコン単結晶６を製造しておき、その後、シリコンウェーハをアニールする工程と、アニール後に、ウェーハ表面から1um程度の深さまで研磨する工程とを含むアニールウェーハの製造方法を実施することによっても、同様にアニールウェーハ表面のＳＳＤ密度Ｎssdを確実に減らすことができる。

【０２１２】

図１５で説明したように、アニール後のウェーハ表面を1um程度の深さまで研磨すると、直径３００ｍｍサイズのウェーハで、ＳＳＤが高々３０個（面密度換算で０．０４個/ｃｍ^2）以下まで低減されることがわかっている。

【０２１３】

よって、シリコンウェーハをアニールし、アニール後にウェーハ表面から1um程度の深さまで研磨するという本実施例のアニールウェーハ製造方法を実施すれば、それによって

製造されたアニールウェーハは、その表面を、パーティクルカウンタを用いてＤＮＮモードで測定すると、ウェーハ表面で検出される直径１４０nm以上のサイズのＳＳＤの密度が確実に０．０４個/ｃｍ^2 以下になっており、ＳＳＤの低減効果がとりわけ高い。

【０２１４】

ただし、表面を研磨する深さを増やしていくと、研磨量が9μｍを超えるとウェーハ内部のCOPが露出し始め、１０μｍ程度が研磨による表面の除去量の限界である。このことは、本発明者等の実験等によって得られた知見である。

【０２１５】

もちろん、実施例１～７のシリコン単結晶製造方法と、この実施例８で説明したアニールウェーハの製造方法を組み合わせて実施してもよい。

【０２１６】

以上、各実施例では、シリコンウェーハをアニールすると、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物の密度が増大することを前提とし、この酸素と窒素に関連した析出物の密度をアニール前のシリコン単結晶６の引上げ成長の過程で、酸素濃度、窒素濃度、冷却速度という３つのパラメータを制御することによって減らすか、アニール後に研磨を施すことで、ＳＳＤを減らすものとして説明した。

【０２１７】

しかし、アニールと同様に、シリコンウェーハ基板上にエピタキシャル成長層を形成する処理が施された場合についても、ＳＳＤの核となる酸素と窒素に関連した析出物の密度（数）が増大すると考えられる。このため、上述したアニールウェーハに適用される手法をエピタキシャルウェーハに適用してもよい。すなわち、酸素と窒素に関連した析出物の密度（数）をエピタキシャル成長前のシリコン単結晶６の引上げ成長の過程で、酸素濃度、窒素濃度、冷却濃度という３つのパラメータを制御することによって減らすことで、エピタキシャル成長後に発生するＳＳＤを減らす実施も可能である。

【０２１８】

また、本実施形態では、直径３００ｍｍサイズのシリコン単結晶６を引上げ成長する場合を想定して説明したが、本発明としては、シリコン単結晶６の直径サイズは不問であり、３００ｍｍより小さい直径サイズ（たとえば２００ｍｍ）、あるいは３００ｍｍより大きい直径サイズのシリコン単結晶６を引上げ成長させる場合にも同様にして適用することができる。

【図面の簡単な説明】

【０２１９】

【図１】図１は成長条件と点欠陥密度の関係を示すグラフで、低Ｖ/Ｇ領域を説明するためのグラフである。

【図２】図２はアニールウェーハの理想的な断面構造を示した断面図である。

【図３】図３はシリコン単結晶の製造装置を側面からみた断面図である。

【図４】図４はアニールのレシピを示した図である。

【図５】図５（ａ）～（ｊ）はウェーハ表面で観察されるＳＳＤを例示した図である。

【図６】図６（ａ）は酸素濃度とＳＳＤ数との関係を示したグラフで、図６（ｂ）は図６（ａ）に対応する表である。

【図７】図７はシリコン単結晶位置と酸素濃度、ＳＳＤ数との関係を示したグラフである。

【図８】図８はＳＳＤ実測値とＳＳＤ推定値との関係を示したグラフである。

【図９】図９は酸素濃度と冷却速度との関係を、窒素濃度毎に示したグラフである。

【図１０】図１０は酸素濃度と冷却速度との関係を、窒素濃度毎に示したグラフである。

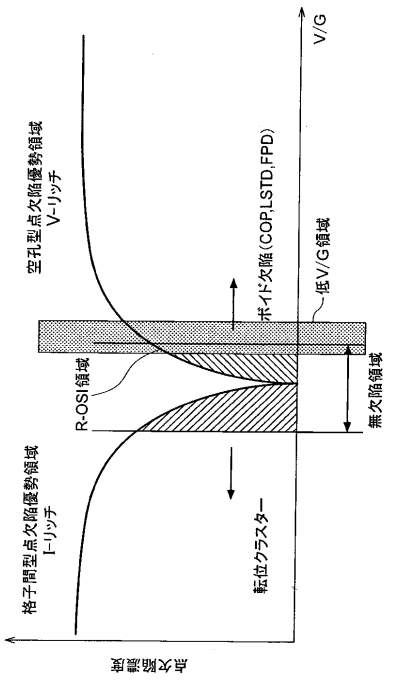
【図１１】図１１は酸素濃度と窒素濃度をパラメータとして、ＳＳＤ数を所定の値以下にするための等冷却速度線を示したグラフである。

【図１２】図１２は酸素濃度と窒素濃度をパラメータとして、ＳＳＤ数を所定の値以下にするための等冷却速度線を示したグラフである。

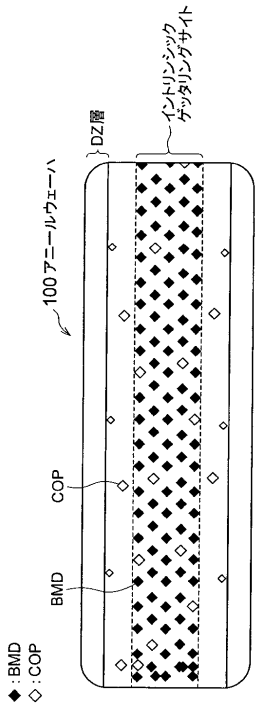
【図１３】図１３（ａ）、（ｂ）はアニールウェーハの表面をMAGICS測定した結果を示す

図で、図１３（ｃ）、（ｄ）はアニールウェーハの表面をAFM測定した結果を示す図である。
【図１４】図１４は、アニール直後のＳＳＤ数、アニール後に研磨した後のＳＳＤ数を対比して示すグラフである。
【図１５】図１５は、アニール直後のＳＳＤ数、アニール後に研磨した後のＳＳＤ数を対比して示すグラフである。
【図１６】図１６は、所望する各ＳＳＤ推定密度と、それに対応する冷却速度、酸素濃度、窒素濃度、ＳＳＤ実測密度との関係を、各試験毎に示した表である。
【図１７】図１７は、図１６に示すＳＳＤ推定密度と、ＳＳＤ実測密度との関係を示したグラフである。
【符号の説明】
【０２２０】
５　融液　６　シリコン単結晶　１４　冷却筒

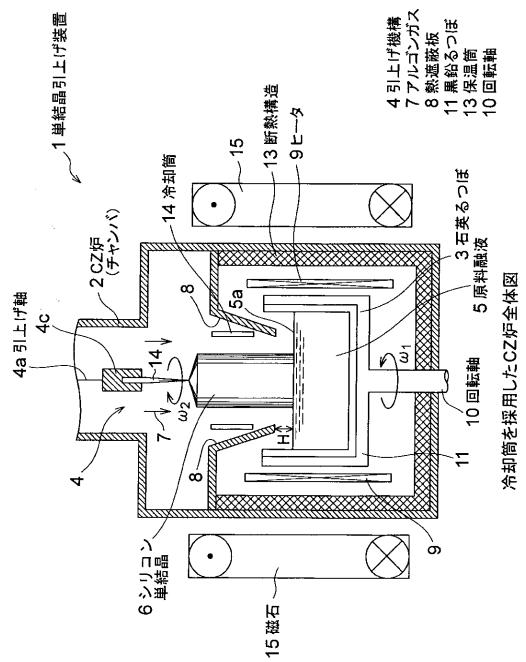
【図１】



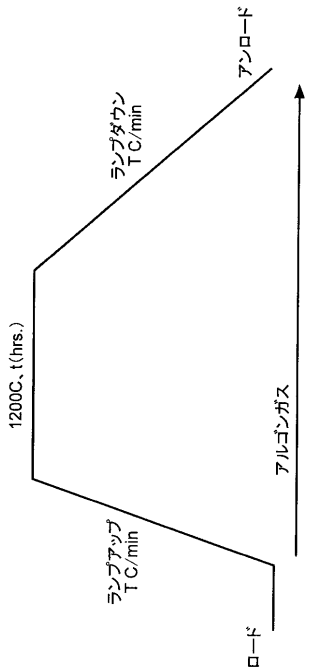
【図２】



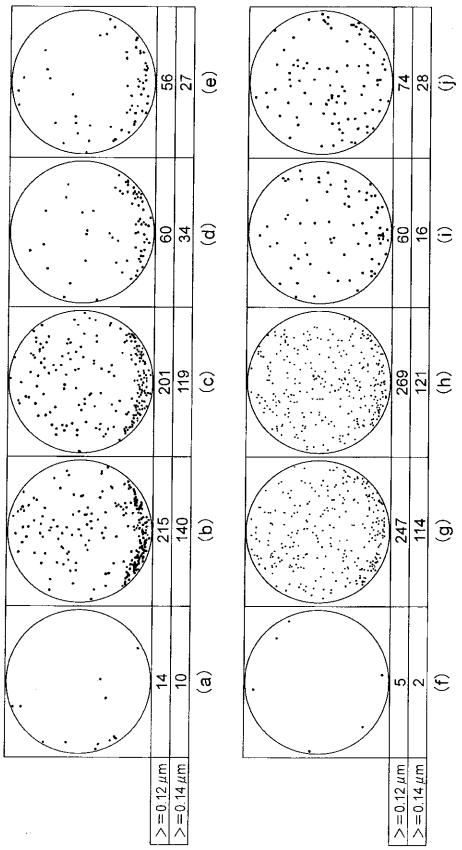
【図３】



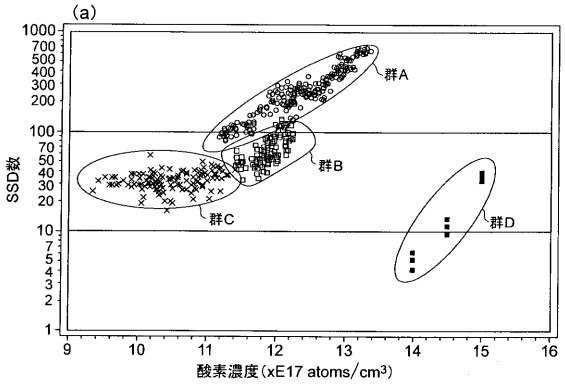
【図４】



【図５】



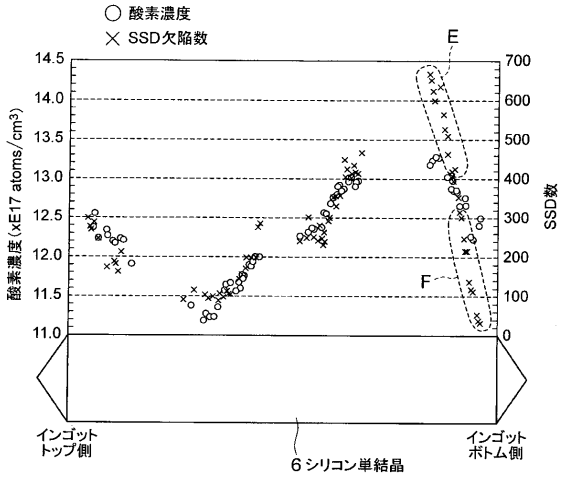
【図６】



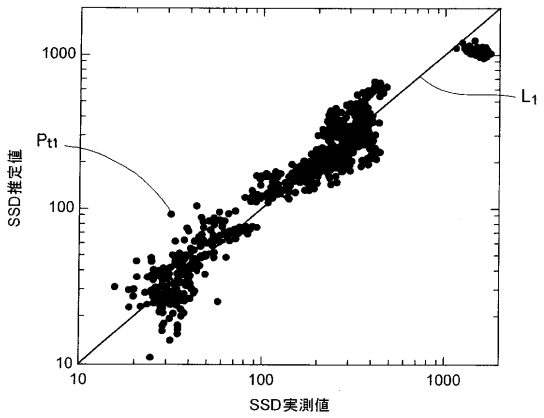
(b)

群	冷却速度 (℃/min)	酸素濃度 (xE17 atoms/cm^3)	窒素濃度 (xE14 atoms/cm^3)
A	0.27～0.33	11.2～13.4	0.7～1.2
B	0.40～0.44	11.4～12.5	0.6～0.7
C	0.73～0.77	9.3～11.4	1.1～1.3
D	0.38～0.42	14.0～15.0	窒素ドープ無し

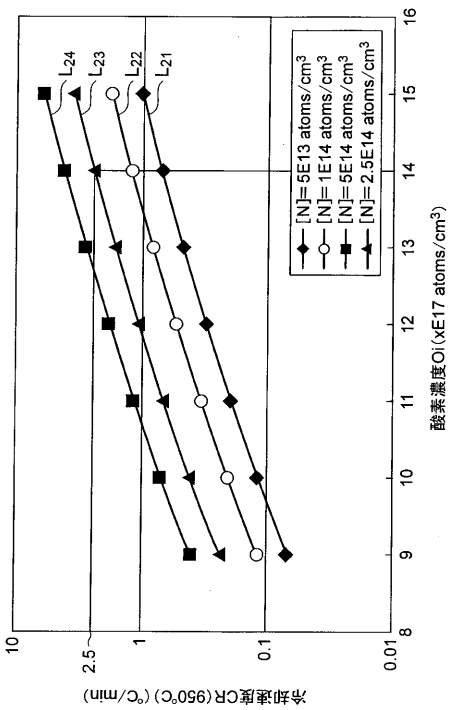
【図７】


○ 酸素濃度
× SSD欠陥数
E
F
酸素濃度(xE17 atoms/cm3)
SSD数
14.5
14.0
13.5
13.0
12.5
12.0
11.5
11.0
700
600
500
400
300
200
100
0
インゴット
トップ側
インゴット
ボトム側
6 シリコン単結晶

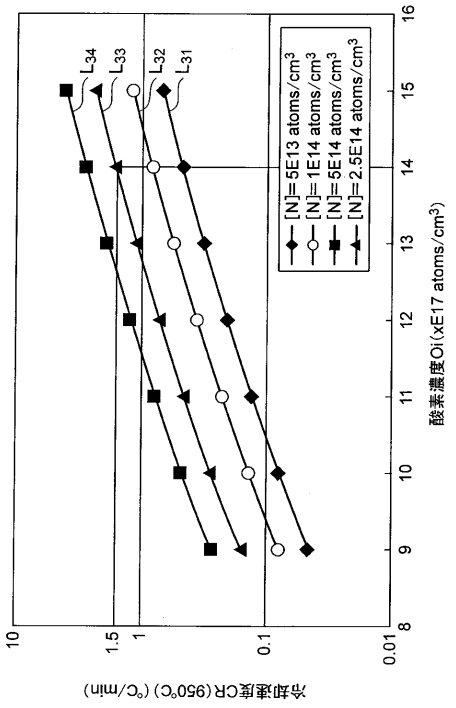
【図８】


SSD推定値
SSD実測値
Pt1
L1
1000
100
10
10
100
1000

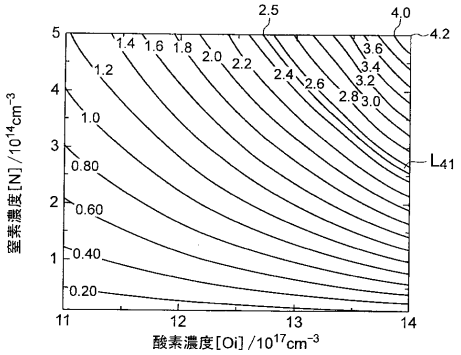
【図９】


L24
L23
L22
L21
[N]= 5E13 atoms/cm3
[N]= 1E14 atoms/cm3
[N]= 5E14 atoms/cm3
[N]= 2.5E14 atoms/cm3
酸素濃度Oi(xE17 atoms/cm3)
冷却速度CR(950℃) (℃/min)
10
2.5
1
0.1
0.01
8
9
10
11
12
13
14
15
16

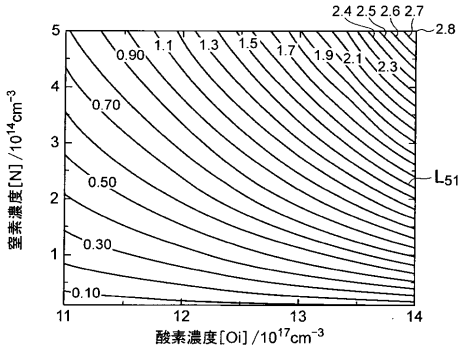
【図１０】


L34
L33
L32
L31
[N]= 5E13 atoms/cm3
[N]= 1E14 atoms/cm3
[N]= 5E14 atoms/cm3
[N]= 2.5E14 atoms/cm3
酸素濃度Oi(xE17 atoms/cm3)
冷却速度CR(950℃) (℃/min)
10
1.5
1
0.1
0.01
8
9
10
11
12
13
14
15
16

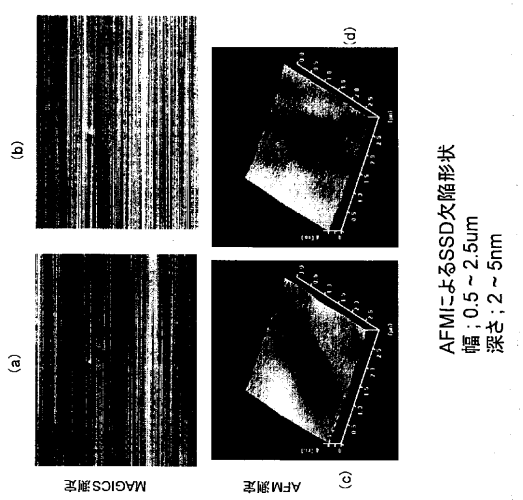
【図１１】



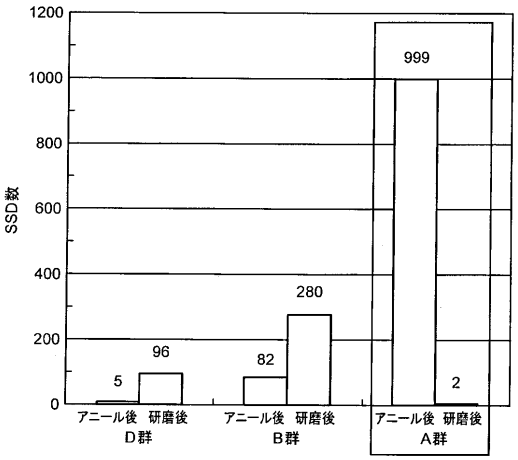
【図１２】



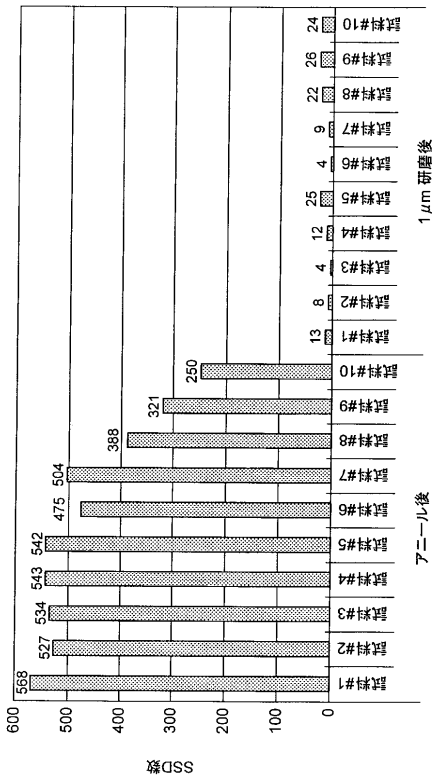
【図１３】



【図１４】



【図１５】

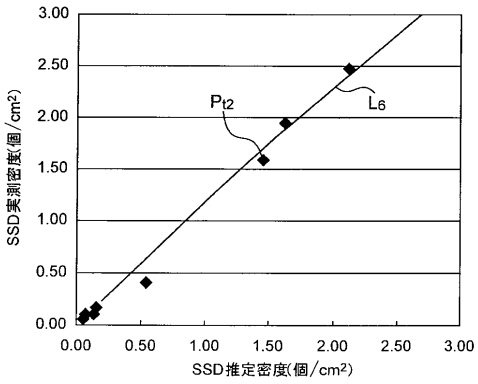


【図１６】

SSD推定値と実測値の比較例

試験番号	950℃における結晶冷却速度（℃/min）	酸素濃度（xE17 atoms/cm³）	窒素濃度（xE13 atoms/cm³）	SSD実測密度（個/cm²）	SSD推定密度（個/cm²）	
No.1	0.29	12.40	9.9	0.40	0.54	実施例
No.2	0.42	11.70	5.0	0.10	0.07	↑
No.3	0.75	11.41	10.8	0.06	0.06	↑
No.4	0.35	11.64	6.8	0.10	0.14	↑
No.5	0.32	13.77	12.6	1.94	1.62	比較例
No.6	0.37	12.13	6.2	0.16	0.16	↑
No.7	0.72	13.84	32.3	1.59	1.45	↑
No.8	0.27	13.63	13.3	2.48	2.12	↑

【図１７】



フロントページの続き

(72)発明者　芳野　史朗
神奈川県平塚市四之宮三丁目２５番１号　コマツ電子金属株式会社内
(72)発明者　中村　浩三
神奈川県平塚市四之宮三丁目２５番１号　コマツ電子金属株式会社内
(72)発明者　白石　裕
神奈川県平塚市四之宮三丁目２５番１号　コマツ電子金属株式会社内
(72)発明者　野中　俊次
神奈川県平塚市四之宮三丁目２５番１号　コマツ電子金属株式会社内

Ｆターム(参考) 4G077 AA02　AB01　AB09　CF10　EB01　EB06　EH06　EH09　FE18　FG11
HA12　PA06　PF55