(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
2016 年 6 月 30 日(30.06.2016)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2016/103748 A1

(51) 国際特許分類:
C30B 15/22 (2006.01) *C30B 29/06* (2006.01)
C30B 15/04 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2015/060967

(22) 国際出願日: 2015 年 4 月 8 日(08.04.2015)

(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 2014-261123 2014 年 12 月 24 日(24.12.2014) JP

(71) 出願人: 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: 鳴嶋 康人(NARUSHIMA Yasuhito); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目２番１号 株式会社ＳＵＭＣＯ内 Tokyo (JP). 宇都 雅之(UTO Masayuki); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目２番１号 株式会社ＳＵＭＣＯ内 Tokyo (JP). 久保田 利通(KUBOTA Toshimichi); 〒1058634 東京都港区芝浦一丁目２番１号 株式会社ＳＵＭＣＯ内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人樹之下知的財産事務所(KINOSHITA & ASSOCIATES); 〒1670051 東京都杉並区荻窪五丁目２６番１３号 荻窪ＴＭビル３階 Tokyo (JP).

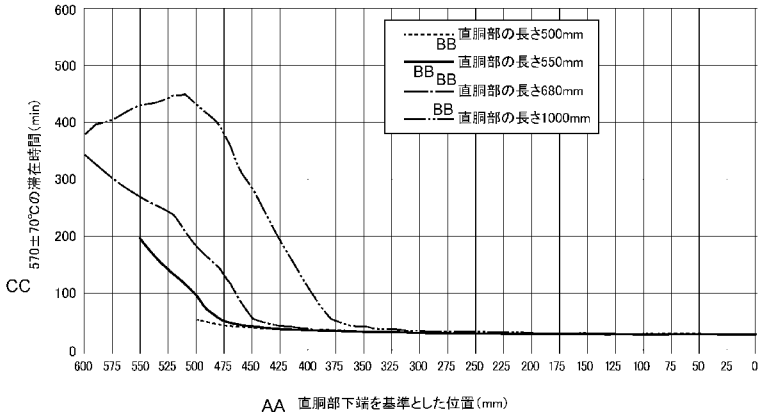
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, 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, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) **Title**: METHOD FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL AND METHOD FOR PRODUCING SILICON WAFER

(54) 発明の名称 : 単結晶の製造方法およびシリコンウェーハの製造方法



AA Position at which lower end of straight body part serves as reference (mm)
BB Straight body part length
CC Residing time (min) at 570 + 70°C

(57) **Abstract**: Provided is a method for producing a single crystal, comprising: a straight body part formation step for forming the straight body part of a single crystal by bringing a seed crystal into contact with a dopant-added melt in which red phosphorus has been added to a silicon melt so that the resistivity of the single crystal is 0.9 mΩ·cm or lower, and then pulling up the same; and a separating step for separating the single crystal from the dopant-added melt, in a state where the temperature at the top end of the straight body part is 590°C or higher.

(57) 要約: 単結晶の製造方法であって、単結晶の抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように、シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液に、種子結晶を接触させた後に引き上げることで、単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程と、前記直胴部の上端の温度が５９０℃以上の状態で、単結晶をドーパント添加融液から切り離す切り離し工程とを行う。

WO 2016/103748 A1

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ：

単結晶の製造方法およびシリコンウェーハの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、赤リンが添加された低抵抗率の単結晶の製造方法、シリコンウェーハの製造方法、および、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 例えば、パワーＭＯＳトランジスタ用のエピタキシャルシリコンウェーハには、そのシリコンウェーハの基板抵抗率が非常に低いことが要求される。シリコンウェーハの基板抵抗率を十分に低くするために、シリコンウェーハの素材である単結晶のインゴット（以下、単結晶という）の引き上げ工程で（すなわち、シリコン結晶の育成時に）、溶融シリコンに抵抗率調整用のｎ型ドーパントとして砒素（Ａｓ）やアンチモン（Ｓｂ）をドープする技術が知られている。しかし、これらのドーパントは非常に蒸発しやすいので、シリコン結晶中のドーパント濃度を十分に高くすることが難しく、要求される程度に低い抵抗率をもつシリコンウェーハを製造することが難しい。

そこで、砒素（Ａｓ）やアンチモン（Ｓｂ）より比較的揮発性の低い性質をもつｎ型ドーパントとしてリン（Ｐ）を高濃度にドープした、基板抵抗率が非常に低いシリコンウェーハが使用されつつある。

[0003] 一方、エピタキシャルシリコンウェーハは、高温でエピタキシャル成長が行なわれるために、単結晶の育成段階で結晶内に形成された酸素析出物（ＢＭＤ）や酸素析出核などが高温熱処理によって消滅してしまい、ゲッタリング能力が低いという問題がある。

ゲッタリング不足を解消するために対策としては、ポリバックシール（ＰＢＳ）法をエピタキシャル成長処理前に行う技術が知られている。ポリバックシール法とは、シリコンウェーハの裏面にポリシリコン膜を形成して、シ

リコンウェーハとの界面などにできる歪み場や格子不整合を利用するＥＧ法（External Gettering）の一例である。

[0004] しかしながら、ポリシリコン膜をシリコンウェーハの裏面に形成した場合、積層欠陥（スタッキングフォルト、以下、ＳＦという）がエピタキシャル膜に多数発生し、そのＳＦが段差としてシリコンウェーハの表面に現れて、シリコンウェーハの表面のＬＰＤ（Light Point Defect：ライト・ポイント・デフェクト）レベルが大きく悪化するという不具合が生じることが判明した。

そこで、このような不具合を抑制するための検討がなされている（例えば、特許文献１参照）。

この特許文献１には、シリコンウェーハの裏面に、６００℃未満でポリシリコン膜を形成することで、ＳＦの発生を効果的に抑制できることが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開２０１１－９６１３号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] ところで、近年、基板抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下のｎ型のシリコンウェーハのニーズが生じている。このようなニーズに対応するためには、単結晶育成時に赤リンが高濃度にドープされたシリコンウェーハ上に、エピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハが必要となる。

そこで、このようなエピタキシャルシリコンウェーハを製造する際に、特許文献１に記載のような方法を適用することが考えられる。

[0007] しかしながら、上述のように基板抵抗率が非常に低い場合には、特許文献１に記載の方法を適用しても、ＳＦの発生が抑制できず、高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを製造できないという問題がある。

[0008] 本発明の目的は、抵抗率が低くかつＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることが可能な単結晶の製造方法、シリコンウェーハの製造方法、および、エピタキシャルシリコンウェーハ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

[0009] 本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、次の知見を得た。

特許文献１に記載されているように、エピタキシャル成長後に発生しているＳＦは、ポリシリコン膜を形成した基板においては、エピタキシャル成長前（プリベーク後）のシリコンウェーハ表面に存在する微小ピット（微小凹部）を起点に発生している、ということが確認されている。

この微小ピットは、ピットｐ型ドーパントとしてボロン（Ｂ）を高濃度に添加したシリコンウェーハに、プリベーク処理を施しても観察されないことから、シリコンウェーハの結晶内に高濃度にドープしたリンが関与している可能性が高いと考えられる。

[0010] この微小ピットは以下のようなメカニズムで発生すると考えられる。すなわち、ポリシリコン膜形成前の段階では、シリコンウェーハの格子間には、酸素と赤リンが存在している。基板抵抗率を低くするために、シリコンウェーハ中の赤リンの濃度を高くすると、過飽和な赤リンが格子間に存在することとなる。

この状態から、ポリシリコン膜を形成するためにシリコンウェーハを加熱すると、酸素の拡散能が赤リンの拡散能よりも大きいため、酸素が格子間を移動して赤リンと結合し、酸素と赤リンのクラスター（微小析出物）が形成される。

この後、エピタキシャル成長前のプリベークを水素雰囲気中で行うと、シリコンウェーハの最表層の酸素と赤リンは外方拡散するが、クラスターは安定状態にあるため、最表層に残留する。そして、水素エッチングが行われると、シリコンウェーハの最表層とクラスターとのエッチング速度の違いから、クラスターが選択的にエッチングされ微小ピットとなる。

この微小ピットが形成されたシリコンウェーハに対してエピタキシャル成長を行うと、微小ピットが起源となってＳＦが発生すると考えられる。

[0011] 上述のように、ＳＦの発生原因が、酸素と赤リンのクラスターに起因する微小ピットであると考えられることから、クラスター形成に関与する加熱が行われるポリバックシール法を適用しないことにより、ＳＦの発生が抑制できると考えられる。ポリシリコン膜を無くすと、ゲッタリング能力が低くなるおそれがあるが、赤リンの濃度を高くすることでゲッタリング能力を維持することができる。このため、本発明者は、ポリシリコン膜を無くしても、ゲッタリング能力を低くすることなく、ＳＦの発生を抑制できると考えた。

しかしながら、本発明者が行った実験の結果、基板抵抗率を０．９ｍΩ・ｃｍ以下とするために、赤リンの濃度をさらに高くすると、ポリバックシール法を適用しないだけでは、ＳＦの発生が抑制できないことが分かり、これまでに想定し得ない結果となった。ところが、実験で育成された結晶の長さ方向のＳＦ分布を、対応するエピタキシャルウェーハで詳細に調査したところ、図１に示すように、単結晶のうち、固化率が約６０％より小さい部分では、直径２００ｍｍのシリコンウェーハ１ｃｍ^{2}あたりのＳＦの個数（以下、単に、ＳＦの個数という）が１０個以上であり、固化率が前記約６０％より大きい部分（点線で囲まれる部分）では、ＳＦの個数が０個となることが分かった。すなわち、ＳＦの個数が単結晶の固化率に依存していることが分かった。

なお、固化率とは、最初に石英坩堝に貯留されたドーパント添加融液の初期チャージ重量に対する単結晶の引上げ重量の割合をいう。ここで、ＳＦの個数は、レーザーテック社製Ｍａｇｉｃｓで欠陥の実体観察を行い、個数を測定した。

[0012] 本発明者は、上述の結果に基づき、固化率が約６０％よりも小さい部分と大きい部分との相違点について検討を行った結果、結晶の受ける熱履歴が影響を与えている可能性があることに着目した。

そこで、本発明者は、固化率と熱履歴との相関を調べるための実験を行っ

た。

[0013] ＜実験１：固化率と熱履歴およびＳＦの発生個数との相関調査＞

単結晶の製造では、種結晶に連続するネック部を形成するネック部形成工程と、ネック部に連続し直径が徐々に大きくなる肩部を形成する肩部形成工程と、肩部に連続して形成され直径が略均一の直胴部を形成する直胴部形成工程と、直胴部の下端に連続し直径が徐々に小さくなるテール部を形成するテール部形成工程と、テール部形成工程終了後、単結晶を冷却する冷却工程とを行い、単結晶を引き上げ装置から取り出す。ここで、直胴部の上端とは、肩部との境界に位置し、例えば図２１に符号６３Ａで示す部分であり、直胴部の下端とは、テール部との境界に位置し、例えば図２１に符号６３Ｂで示す部分である。

このような製造条件のため、単結晶の下端に近くなるほど（固化率が大きくなるほど）、ドーパント添加融液から出た後の冷却時間が短くなると考えられる。

[0014] まず、上述の製造条件で単結晶を製造し、各固化率における各温度（５００℃±５０℃、７００℃±５０℃、９００℃±５０℃、１１００℃±５０℃）での滞在時間を調べた。その結果を図２に示す。なお、シリコンウェーハの基板抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように、ドーパントとして赤リンをシリコン融液に添加して、ドーパント添加融液を生成した。また、ドーパント添加融液のチャージ量を１００ｋｇとした。

図２に示すように、二点鎖線で囲まれる部分であって、固化率が６０％より大きい部分では、固化率が６０％より小さい部分と比べて、特に５００℃±５０℃での滞在時間が極端に短いことが分かった。

また、この単結晶から複数の固化率に対応するシリコンウェーハを切り出して、エピタキシャルシリコンウェーハを製造し、各エピタキシャルシリコンウェーハのＳＦの個数を調べた。その結果を図２に示す。

なお、エピタキシャルシリコンウェーハの製造においては、ポリシリコン膜を設けずにプリベーク処理を施した後、エピタキシャル膜を形成した。ま

た、プリベークは、エピタキシャル膜形成前のシリコンウェーハを、１２００℃の水素雰囲気中で３０秒加熱することで行った。

図２に示すように、ＳＦの個数は、単結晶の５００℃±５０℃での滞在時間とほぼ相関があり、固化率が６０％より大きい部分では０となることが分かった。

以上から、単結晶が５００℃±５０℃となる時間を短くすれば、ＳＦの発生を抑制できることが分かった。

[0015] ＜実験２：プリベーク処理前後におけるＬＰＤの発生状況調査＞

まず、シリコンウェーハのＬＰＤの評価と、シリコンウェーハに対してプリベークを行った後のＬＰＤの評価を行った。

具体的には、まず、以下の基板条件を満たし、ＳＦが発生する固化率での単結晶から得られた（ＳＦが発生する固化率に対応する）シリコンウェーハと、ＳＦが発生しない固化率に対応するシリコンウェーハとを準備した。

［基板条件］

直径：２００ｍｍ

基板抵抗率：０．８ｍΩ・ｃｍ

（赤リン濃度：９．４７×10^{19}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}）

次に、各シリコンウェーハの裏面（エピタキシャル膜の形成面と反対の面）に、以下の裏面酸化膜形成条件を満たす裏面酸化膜を形成した。

［裏面酸化膜形成条件］

成膜方法：ＣＶＤ法

裏面酸化膜の厚さ：５５０ｎｍ

そして、上記条件により形成された裏面酸化膜が形成された各シリコンウェーハから、当該シリコンウェーハの外周部の裏面酸化膜を除去してＬＰＤ評価を行った。なお、ＬＰＤの評価は、以下のＬＰＤ評価条件で行った。

［ＬＰＤ評価条件］

使用装置：表面検査装置（Ｔｅｎｃｏｒ社製　ＳＰ－１）

観察モード：ＤＷＮモード

測定対象：９０ｎｍ以上のＬＰＤ

図３に、ＳＦが発生する固化率に対応するシリコンウェーハの測定結果を示す。なお、ここでは図示しないが、ＳＦが発生しない固化率に対応するシリコンウェーハでの測定結果は、図３に示すものとほぼ同じであった。

[0016] また、上記条件により、裏面酸化膜が形成されたシリコンウェーハに対して、以下のプリベーク条件を満たすプリベークを行った。このプリベーク条件は、エピタキシャル膜の形成工程において行われる条件を模擬したものである。

［プリベーク条件］

雰囲気：水素

熱処理温度：１２００℃

熱処理時間：３０秒

そして、上記条件でプリベークを行った各シリコンウェーハのＬＰＤ評価を、当該実験２の上記ＬＰＤ評価条件に基づいて行った。その結果を図４および図５に示す。

[0017] 図４に示すように、ＳＦが発生する固化率に対応するシリコンウェーハ１００では、プリベーク後にＬＰＤ１０１が増加することが分かった。一方で、図５に示すように、ＳＦが発生しない固化率に対応するシリコンウェーハ１００では、プリベーク前後でＬＰＤ１０１にほとんど変化がないことが分かった。

ここで、ＬＰＤが増加した図４に示すシリコンウェーハをＡＦＭ（Ａｔｏｍｉｃ Ｆｏｒｃｅ Ｍｉｃｒｏｐｒｏｂｅ：原子間力顕微鏡）で観察したところ、図６に示すようなピットＰであることが確認された。すなわち、プリベーク後に発生するピットＰを、ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで９０ｎｍ以上のＬＰＤとして測定できることが分かった。

[0018] ＜実験３：エピタキシャル膜成長前後におけるＬＰＤの発生状況調査＞

上記実験２において、図４に示すような、ＳＦが発生する固化率に対応するシリコンウェーハにプリベークを行った後、当該シリコンウェーハの表面

に、以下のエピタキシャル膜成長条件を満たすエピタキシャル膜を形成することで、エピタキシャルシリコンウェーハを製造した。

［エピタキシャル膜成長条件］

ドーパントガス：フォスフィン（PH_3）ガス

原料ソースガス：トリクロロシラン（$SiHCl_3$）ガス

キャリアガス：水素ガス

成長温度：１０８０℃

エピタキシャル膜の厚さ：３μｍ

抵抗率（エピ膜抵抗率）：１Ω・ｃｍ

（赤リン濃度：４．８６×10^{15}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^3）

そして、上記条件で製造したエピタキシャルシリコンウェーハのＬＰＤ評価を、実験２のＬＰＤ評価条件に基づいて行った。また、このエピタキシャルシリコンウェーハのＬＰＤ評価結果と、図４に示す実験で用いたプリベーク後（であり、エピタキシャル膜成長前）のシリコンウェーハ表面のＬＰＤ評価結果とを重ね合わせて評価した。その結果を図７に示す。また、図７における二点鎖線で囲まれる領域を拡大した分布を図８に示す。

[0019] エピタキシャルシリコンウェーハの全面にＬＰＤが発生しているが、図７に示すように、特に、エピタキシャルシリコンウェーハの外縁からの距離が約２ｃｍ～約６ｃｍの間の円環状の領域Ａ１全体にＬＰＤが多く発生することが分かった。また、図８に示すように、エピタキシャル膜成長前後で、ＬＰＤの位置がほぼ一致することが分かった。

[0020] また、エピタキシャルシリコンウェーハにおけるＬＰＤの発生位置のうち、エピタキシャル膜成長前にもＬＰＤが発生している位置を、以下のＬＰＤ評価条件に基づいて評価した。

［ＬＰＤ評価条件］

使用装置：表面検査装置（レーザーテック社製Ｍａｇｉｃｓ）

その結果、上記評価位置には、平面視で四角形かつ断面視で三角形（すなわち、底面がエピタキシャル膜の表面と略同一面に位置し、頂点がシリコン

ウェーハ側に位置する略四角錐状）のフラットタイプのＳＦが発生していることが分かった。

[0021] ＜実験４：ＳＦの発生を抑制可能な温度条件調査＞

実験１と同様の条件で単結晶を製造した後、冷却工程に入らずに、テール部がドーパント添加融液から切れた状態で、かつ、テール部形成工程での加熱状態を維持したまま、単結晶の引き上げを１０時間停止した。この停止状態において、各固化率での単結晶中心の温度分布は、図９に示すような分布であった。

そして、１０時間経過後に単結晶を引き上げ装置から取り出し、実験１と同様の条件で（単結晶から得たシリコンウェーハに対して１２００℃の水素雰囲気中で３０秒のプリベーク処理を施した後、エピタキシャル膜を形成する条件で）エピタキシャルシリコンウェーハを製造した。そして、直径２００ｍｍの各エピタキシャルシリコンウェーハ１枚あたりのＬＰＤの個数（以下、単にＬＰＤの個数という）と固化率との関係を調べた。その結果を図１０に示す。

ここで、ＬＰＤの個数は、ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで測定したが、そのときのＬＰＤの測定対象を、９０ｎｍ以上のものとした。また、ここでは、ＬＰＤの個数はＳＦの個数と良い相関があるため、ＬＰＤの個数でＳＦ個数を代替した。

[0022] 図１０に示すように、ＬＰＤの個数は、固化率が約５２％の部分から急激に増加し、約６２％で最大となり、約７０％を超えるとほぼ０となることがわかった。そして、固化率が約５２％の部分の温度（ＬＰＤ個数の急激な増加が開始する温度）は約４７０℃であり、固化率が約６２％の部分の温度（ＬＰＤ個数が最大となる温度）は約５７０℃であり、固化率が約７０％の部分の温度（ＬＰＤ個数がほぼ０となる温度）は約７００℃であることが分かった。

このことから、ＳＦは、単結晶の温度が約４７０℃～約７００℃で長時間維持されたときに発生しやすく、特に、約５７０℃で長時間維持されたとき

に発生しやすいことが分かった。

[0023] 次に、中心温度に対する許容幅を決定した。

具体的には、上記図１０の実験結果に基づいて、各対応する固化率について、５５０℃、５７０℃、６００℃を中心にしたそれぞれ±３０℃の範囲での滞在時間を調べた。その結果を図１１に示す。また、５５０℃、５７０℃、６００℃を中心にした±５０℃の範囲での滞在時間を図１２に示し、±７０℃の範囲での滞在時間を図１３に示す。

図１１～図１３に示すように、±７０℃の範囲での滞在時間の上昇幅（図中の横軸方向の長さ）と、ＬＰＤ個数の上昇幅（図中の横軸方向の長さ）とがほぼ一致することが分かった。

このことから、ＬＰＤは、単結晶の温度が５７０℃±７０℃の範囲内で長時間維持されたときに、発生しやすいことが分かった。

[0024] また、本発明者は、単結晶の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が、どのくらいの長さであれば、ＬＰＤが発生しないかを調べた。

まず、実験１と同様の条件でテール部形成工程まで行った後、通常の冷却工程では、図１４の二点鎖線で示すように単結晶を急冷するところ、実線で示すように単結晶を急冷せずに徐冷した。なお、図１４において、縦軸は、６５０℃±５０℃での滞在時間を表している。

そして、図１４に実線で示す条件で製造した単結晶を用いて、実験１と同様の条件でエピタキシャルシリコンウェーハを製造し、各固化率におけるＬＰＤ個数を調べた。各固化率における滞在時間とＬＰＤ個数との関係を図１５に示す。なお、図１５において、縦軸は、５７０℃±７０℃での滞在時間を表している。

図１５に示すように、固化率が約６６％を超える場合に、ＬＰＤ個数が０となることが分かった。そして、このときの５７０℃±７０℃での滞在時間が、約２００分であることが分かった。

このことから、単結晶の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を２００分以下とすることで、ＬＰＤの発生を抑制できる可能性があると推定し

た。

[0025] 次に、図１５の実験結果を検証するための実験を行った。

実験１と同様の条件でテール部形成工程まで行った後、図１４の二点鎖線で示す冷却工程を行い、単結晶を製造した。そして、この単結晶を用いて、実験１と同様の条件でエピタキシャルシリコンウェーハを製造し、各固化率におけるＬＰＤ個数を調べた。その結果を図１６に示す。

図１６に示すように、固化率が約４４％よりも後ろの場合に、単結晶の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が２０分以上２００分以下となり、ＬＰＤ個数も少なくなることが分かった。

このことから、単結晶の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を２０分以上２００分以下とすることで、ＳＦに起因するＬＰＤの発生を単結晶の後半部分だけでなく、製品となる直胴部全領域にわたって抑制できる可能性があることが分かった。

[0026] ＜実験５：直胴部全領域にわたってＳＦに起因するＬＰＤの発生を抑制できる単結晶の製造条件検討＞

実験１と同様の条件で、直胴部の長さがそれぞれ１０００ｍｍ、６８０ｍｍ、５５０ｍｍ、５００ｍｍの単結晶を製造し、各位置における５７０℃±７０℃での滞在時間を調べた。その結果を図１７に示す。なお、単結晶のテール部の長さを、１４０ｍｍとした。また、単結晶の直径を、２００ｍｍとした。さらに、図１７の横軸は、直胴部の下端を基準（０ｍｍ）とした場合の位置を表す。

図１７に示すように、直胴部の長さが５００ｍｍおよび５５０ｍｍの場合、５７０℃±７０℃での滞在時間は、直胴部全領域において２０分以上２００分以下となり、６８０ｍｍ、１０００ｍｍの場合、直胴部の一部領域において２００分を超えることが分かった。このことから、直胴部の長さを５５０ｍｍ以下にすることで、直胴部全領域にわたってＳＦに起因するＬＰＤの発生を抑制できる可能性があることが分かった。

[0027] ＜実験６：単結晶をドーパント添加融液から切り離すときの単結晶中心の

温度検討＞

実験１と同様の条件で、直胴部の長さがそれぞれ１０００ｍｍ、５５０ｍｍの単結晶を製造し、単結晶をドーパント添加融液から切り離すときの単結晶中心の温度分布を調べた。その結果を図１８に示す。なお、単結晶のテール部の長さを、１４０ｍｍとした。また、単結晶の直径を、２００ｍｍとした。さらに、図１８の横軸は、直胴部の上端を基準（０ｍｍ）とした場合の位置を表す。

図１８に示すように、直胴部の長さが５５０ｍｍの場合、単結晶を切り離すときの直胴部上端の温度は５９０℃以上であり、下端に向かうにしたがって温度が高くなることが分かった。一方、直胴部の長さが１０００ｍｍの場合、単結晶を切り離すときの直胴部上端の温度は３００℃以下であり、下端に向かうにしたがって温度が高くなることが分かった。

以上の実験５，６の結果から、単結晶を切り離すときの直胴部上端の温度を５９０℃以上にすることで、直胴部全領域において、５７０℃±７０℃での滞在時間が２０分以上２００分以下となると推定され、直胴部全領域にわたってＳＦに起因するＬＰＤの発生を抑制できる可能性があることが分かった。

[0028] ＜実験７：テール部の長さとＳＦの発生状況との関係調査＞

まず、実験５と同様の条件で、直胴部の長さが５５０ｍｍ、１０００ｍｍ、かつ、テール部の長さがそれぞれ２００ｍｍ、１８０ｍｍ、１４０ｍｍ、１００ｍｍ、０ｍｍ（テール部無し）の１０種類の単結晶を製造した。そして、それぞれの単結晶について、複数の位置からシリコンウェーハを切り出し、実験１と同様の方法でエピタキシャルシリコンウェーハのＳＦの発生状況を調べた。

各単結晶の直胴部におけるＳＦが発生していない領域（ＳＦ未発生領域）の長さを、図１９に示す。

[0029] 図１９に示すように、直胴部の長さが５５０ｍｍの単結晶では、テール部の長さが１８０ｍｍ以上の場合、直胴部上端側領域でＳＦが発生し、テール

部の長さが１４０ｍｍ以下の場合（テール部無しの場合を含む）、直胴部全領域でＳＦが発生しないことが分かった。なお、直胴部の長さが５５０ｍｍであり、かつ、テール部の長さが１８０ｍｍ以上の場合に、ＳＦが発生する理由は、テール部形成直後に直胴部上端側領域の温度が５９０℃未満に下がっており、単結晶製造工程全体において、当該領域の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が、２００分を超えるためと推定できる。

また、直胴部の長さが１０００ｍｍの単結晶では、テール部の長さによらず、直胴部の一部でＳＦが発生することが分かった。

このことから、直胴部の長さを５５０ｍｍ以下、かつ、テール部の長さを１４０ｍｍ以下にすることで、すなわち、直胴部上端からドーパント添加融液までの距離が６９０ｍｍ以下の状態で、単結晶をドーパント添加融液から切り離すことで、直胴部全領域にわたってＳＦに起因するＬＰＤの発生を抑制でき、単結晶を切り離すときの直胴部上端の温度が５９０℃以上になっていると推定できる。

[0030] ＜実験８：テール部の長さとスリップ転位の発生状況との関係調査＞

単結晶をドーパント添加融液から切り離すときに、単結晶の下端を起点にして転位が発生し、スリップ転位となって伝播し得る。このようなスリップ転位が存在すると、ＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されても、その部分を製品（エピタキシャルシリコンウェーハ）として使用することができない。

そこで、図１９に示す条件で製造された各単結晶のスリップ転位の長さを調べた。

各単結晶の直胴部におけるスリップ転位の長さ、製品の長さ（ＳＦ未発生領域のうちスリップ転位が発生していない領域の長さ）、および、収率（直胴部のうち製品にすることができる領域の割合）を、図１９に示す。

[0031] 図１９に示すように、直胴部の長さが５５０ｍｍ、１０００ｍｍの単結晶について、テール部の長さが１４０ｍｍを超える場合、テール部にスリップ転位が発生しているものの、直胴部まで到達せずに、ＳＦ未発生領域全体を

製品にすることができることが分かった。特に、直胴部の長さが５５０ｍｍ、かつ、テール部の長さが１４０ｍｍの場合、直胴部にＳＦおよびスリップ転位が発生しないことが分かった。

[0032] なお、直胴部全領域が製品になる（収率が１００％）ことが好ましいが、収率が従来と比べて大きい９０％以上であれば、生産効率上、大きな影響を及ぼすことはない。すなわち、テール部の長さが１００ｍｍの場合、直胴部にスリップ転位が発生するものの、収率が９０％以上になり、また、テール部の長さが１８０ｍｍの場合、直胴部にＳＦが発生するものの、収率が９０％以上になり、いずれの場合も、生産効率上、大きな影響を及ぼすことはない。このことから、直胴部上端からドーパント添加融液までの距離が７３０ｍｍ以下の状態で、単結晶をドーパント添加融液から切り離すことで、収率が９０％以上になると推定できる。

また、直胴部の長さが１０００ｍｍの場合、テール部を短くするほど、製品の長さが長くなることが分かった。

本発明は、上述のような知見に基づいて完成されたものである。

[0033] すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、チャンバと、このチャンバ内に配置されシリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部と、を備えた単結晶引き上げ装置を利用した単結晶の製造方法であって、前記単結晶の抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加した前記ドーパント添加融液に、前記種子結晶を接触させた後に引き上げることで、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程と、前記直胴部の上端の温度が５９０℃以上の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離す切り離し工程とを行うことを特徴とする。

[0034] 本発明によれば、シリコン融液に赤リンを添加して、抵抗率が低くなるような（０．６ｍΩ・ｃｍ以上０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるような）単結晶を製造する場合であっても、上述のような切り離し工程を行った後、ドーパン

ト添加融液から切り離された単結晶を冷却する冷却工程とを行うことで、直胴部全領域の温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を、２０分以上２００分以下に制御することができる。そして、このように製造された単結晶の直胴部全領域から得られるシリコンウェーハに対して、プリベーク処理（１２００℃の水素雰囲気中で３０秒加熱する熱処理）を施すと、シリコンウェーハに発生する上記のようなピットの数を０．１個／ｃｍ^{2}以下にすることができる。

したがって、このような単結晶を用いてエピタキシャルシリコンウェーハを製造すると、ＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで測定される９０ｎｍ以上のＬＰＤの個数を０．１個／ｃｍ^{2}以下にすることができる。よって、抵抗率が低くかつＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。また、直胴部全領域にわたって、抵抗率が低くかつＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。すなわち、収率を１００％にすることができ、従来と比べて良品率を高めることができる。

なお、シリコン融液に赤リンとともに、ゲルマニウム（Ｇｅ）を添加してもよい。このような構成にすれば、シリコンウェーハとエピタキシャル膜との界面部分での赤リンの濃度差に起因する転位欠陥（ミスフィット転位）の発生を抑制できる。

[0035] 本発明の単結晶の製造方法において、前記切り離し工程は、前記直胴部の上端から前記ドーパント添加融液の表面までの距離が６９０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことが好ましい。

本発明によれば、切り離し工程を行うときの直胴部上端の位置を管理するだけの簡単な方法で、収率を１００％にすることができ、従来と比べてエピタキシャルシリコンウェーハの良品率を高めることができる。

[0036] 本発明の単結晶の製造方法において、前記切り離し工程は、前記直胴部の長さが５５０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことが好ましい。

[0037] 本発明の単結晶の製造方法において、前記直胴部の下端にテール部を形成するテール部形成工程を行い、前記テール部形成工程は、長さが１００ｍｍ以上かつ１４０ｍｍ以下の前記テール部を形成することが好ましい。

本発明によれば、仮に、直胴部にスリップ転位が発生した場合でも、収率を従来と比べて大きい９０％以上にすることができ、生産効率上、大きな影響を及ぼすことなく、ＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。

[0038] また、本発明の単結晶の製造方法は、チャンバと、このチャンバ内に配置されシリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部と、を備えた単結晶引き上げ装置を利用した単結晶の製造方法であって、前記単結晶の抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加した前記ドーパント添加融液に、前記種子結晶を接触させた後に引き上げることで、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程と、前記直胴部の上端から前記ドーパント添加融液の表面までの距離が７３０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離す切り離し工程とを行うことを特徴とする。

[0039] 本発明によれば、切り離し工程を行うときの直胴部上端の位置を管理するだけの簡単な方法で、仮に、テール部が長すぎて直胴部にＳＦが発生したり、テール部が短すぎて直胴部にスリップ転位が発生した場合でも、収率を従来と比べて大きい９０％以上にすることができ、生産効率上、大きな影響を及ぼすことなく、ＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。なお、本発明の製造条件により、例えば、直胴部の長さが５５０ｍｍでありテール部の長さが１８０ｍｍの単結晶を製造することができる。

[0040] 本発明の単結晶の製造方法において、前記切り離し工程は、前記直胴部の長さが５５０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことが好ましい。

[0041] 本発明の単結晶の製造方法において、前記直胴部の下端にテール部を形成するテール部形成工程を行い、前記テール部形成工程は、長さが１００ｍｍ以上かつ１８０ｍｍ以下の前記テール部を形成することが好ましい。

本発明によれば、テール部を上述のように形成することで、生産効率上、大きな影響を及ぼすことなく、ＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。

[0042] 本発明の単結晶の製造方法において、前記切り離し工程は、前記直胴部の下端にテール部が形成されていない前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことが好ましい。

本発明によれば、テール部形成工程を行うことなく切り離し工程を行うため、テール部を形成する場合と比べて１本の単結晶の製造時間を短縮できる。

[0043] 本発明の単結晶の製造方法において、１本の単結晶を製造可能な量の前記ドーパント添加融液を前記坩堝に収容し、１本の単結晶を製造する毎に前記坩堝にシリコン多結晶原料と赤リンとを追加して、次の単結晶を製造することが好ましい。

本発明によれば、各単結晶を製造するときにおけるドーパント添加融液中の赤リンの濃度を一定にすることができ、赤リンの蒸発を考慮に入れた制御を行うことなく、単結晶を製造できる。

[0044] 本発明の単結晶の製造方法において、複数本の単結晶を製造可能な量の前記ドーパント添加融液を前記坩堝に収容し、前記坩堝にシリコン多結晶原料と赤リンとを追加することなく、前記複数本の単結晶を１本ずつ製造することが好ましい。

本発明によれば、チャンバを開放することなく複数本の単結晶を製造することができ、単結晶製造の効率化を図ることができる。

[0045] 本発明のシリコンウェーハの製造方法は、上述の単結晶の製造方法により製造された単結晶の直胴部からシリコンウェーハを切り出すことを特徴とする。

[0046] 本発明のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法は、上述のシリコンウェーハの製造方法により製造されたシリコンウェーハを水素雰囲気中で加熱する第１工程と、前記第１工程の後に、前記シリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成してエピタキシャルシリコンウェーハを製造する第２工程とを行うことを特徴とする。

この発明によれば、上述のように、抵抗率が低くかつＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを提供することができる。また、エピタキシャルシリコンウェーハにポリシリコン膜を設けないため、工程の簡略化を図れる。

図面の簡単な説明

[0047] [図1]本発明におけるエピタキシャルシリコンウェーハの製造条件を導くための実験の結果であり単結晶の固化率とＳＦ個数との関係を示すグラフ。

[図2]前記製造条件を導くための実験１の結果であり固化率とＳＦ個数および各温度での滞在時間との関係を示すグラフ。

[図3]前記製造条件を導くための前記実験２の結果でありプリベーク前のシリコンウェーハのＬＰＤの発生状況を示す。

[図4]前記実験２の結果でありＳＦが発生する固化率に対応するシリコンウェーハのプリベーク後のＬＰＤの発生状況を示す。

[図5]前記実験２の結果でありＳＦが発生しない固化率に対応するシリコンウェーハのプリベーク後のＬＰＤの発生状況を示す。

[図6]前記実験２の結果でありプリベーク後に増加したＬＰＤのＡＦＭ観察結果を示す図。

[図7]前記製造条件を導くための実験３の結果でありエピタキシャル膜成長後のＬＰＤの発生状況と図４での実験結果とを重ねて示す図。

[図8]前記実験３の結果であり図７の一部を拡大した図。

[図9]前記製造条件を導くための実験４の結果であり固化率と結晶中心温度との関係を示すグラフ。

[図10]前記実験４の結果であり単結晶における固化率と結晶中心温度および

ＬＰＤ個数との関係を示すグラフ。

[図11]前記実験４の結果であり温度幅が±３０℃の場合における固化率と各温度での滞在時間およびＬＰＤ個数との関係を示すグラフ。

[図12]前記実験４の結果であり温度幅が±５０℃の場合における固化率と各温度での滞在時間およびＬＰＤ個数との関係を示すグラフ。

[図13]前記実験４の結果であり温度幅が±７０℃の場合における固化率と各温度での滞在時間およびＬＰＤ個数との関係を示すグラフ。

[図14]前記実験４の結果であり固化率と単結晶の滞在時間との関係を示すグラフ。

[図15]前記実験４の結果であり固化率と各温度での滞在時間およびＬＰＤ個数との関係を示すグラフ。

[図16]前記実験４の結果を検証するために行った実験の結果であり固化率と各温度での滞在時間およびＬＰＤ個数との関係を示すグラフ。

[図17]直胴部全領域にわたってＳＦに起因するＬＰＤの発生を抑制できる単結晶の製造条件を導くための実験５の結果であり単結晶の位置と５７０℃±７０℃での滞在時間との関係を示すグラフ。

[図18]単結晶をドーパント添加融液から切り離すときの単結晶中心の温度を検討するための実験６の結果であり単結晶の位置と結晶中心の温度との関係を示すグラフ。

[図19]テール部の長さとＳＦ、スリップ転位の発生状況との関係を導くための実験７，８の結果を示す図。

[図20]本発明の一実施形態に係る単結晶引き上げ装置の概略構成を示す模式図。

[図21]前記一実施形態におけるマルチ引き上げ法による単結晶の製造方法を示す模式図。

[図22]本発明の変形例における抜き取り引き上げ法による単結晶の製造方法を示す模式図。

発明を実施するための形態

[0048] 以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。

〔単結晶引き上げ装置の構成〕

まず、単結晶引き上げ装置の構成について説明する。

単結晶引き上げ装置１は、図２０に示すように、単結晶引き上げ装置本体３と、図示しないドーピング装置と、図示しない制御部とを備える。

単結晶引き上げ装置本体３は、チャンバ３０と、このチャンバ３０内に配置された坩堝３１と、この坩堝３１に熱を放射して加熱する加熱部３２と、引き上げ部としての引き上げケーブル３３と、断熱筒３４と、シールド３６と備える。

[0049] チャンバ３０内には、制御部の制御により、上部に設けられた導入部３０Ａを介して、上方から下方に向かって不活性ガス、例えば、アルゴンガスが所定のガス流量で導入される。また、チャンバ３０内の圧力（炉内圧力）は、制御部により制御可能となっている。

[0050] 坩堝３１は、シリコンウェーハの原料である多結晶のシリコンを融解し、シリコン融液４とするものである。坩堝３１は、有底の円筒形状の石英製の石英坩堝３１１と、この石英坩堝３１１の外側に配置され、石英坩堝３１１を収納する黒鉛製の黒鉛坩堝３１２とを備えている。坩堝３１は、所定の速度で回転する支持軸３７に支持されている。

加熱部３２は、坩堝３１の外側に配置されており、坩堝３１を加熱して、坩堝３１内のシリコンを融解する。

引き上げケーブル３３は、例えば坩堝３１上部に配置された図示しない引き上げ駆動部に、一端が接続されている。また、引き上げケーブル３３は、他端に、種子結晶を保持するシードホルダ３８、または、図示しないドーピング装置が適宜取り付けられる。引き上げケーブル３３は、引き上げ駆動部の駆動により回転可能に構成されている。この引き上げケーブル３３は、制御部による引き上げ駆動部の制御により、所定の引き上げ速度で上昇する。

断熱筒３４は、坩堝３１および加熱部３２の周囲を取り囲むように配置されている。

シールド３６は、加熱部３２から上方に向かって放射される輻射熱を遮断する熱遮蔽用シールドである。

[0051] ドーピング装置は、固体状態の揮発性ドーパントとしての赤リンを揮発させて、坩堝３１内のシリコン融液４にドープさせて、すなわち添加してドーパント添加融液４１を生成するためのものである。なお、ドーピング装置としては、筒状部の下端部をシリコン融液４に浸漬させて、赤リンをシリコン融液４に添加する構成や、筒状部の下端部をシリコン融液４から離間させて、揮発した赤リンをシリコン融液４に吹き付けることで、赤リンをシリコン融液４に添加する構成を適用できる。

制御部は、作業者の設定入力に基づいて、チャンバ３０内のガス流量、炉内圧力、引き上げケーブル３３の引き上げ速度を適宜制御して、単結晶６製造時の制御をする。

[0052] 〔単結晶の製造方法〕

次に、単結晶引き上げ装置１を用いて、単結晶６を製造する方法の一例について説明する。なお、本実施形態では、直径２００ｍｍの単結晶６を製造する方法について説明する。

まず、同一の石英坩堝３１１を利用し、かつ、単結晶６を引き上げるごとにポリシリコン素材（シリコン多結晶原料）４１１をチャージして、複数本の単結晶６を引き上げるいわゆるマルチ引き上げ法により、単結晶６を製造する方法について説明する。

ここで、図２１に示すように、初期段階として８０ｋｇのポリシリコン素材を入れた石英坩堝３１１がセットされた単結晶引き上げ装置１は、制御部の制御により、ポリシリコン素材を加熱して融解させた後、チャンバ３０内のガス流量および炉内圧力を所定の状態にして、シリコン融液４に揮発性ドーパントとしての赤リンを添加してドーパント添加融液４１を生成する。

なお、エピタキシャルシリコンウェーハのミスフィット転位を抑制するために、赤リンとともにゲルマニウムを添加してもよい。また、赤リンの添加量は、単結晶６から切り出したシリコンウェーハの抵抗率が、０．６ｍΩ・

ｃｍ以上０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるような量である。

[0053] この後、単結晶引き上げ装置１の制御部は、作業者の設定入力に基づいて、種子結晶を融液に浸漬した後、所定の引き上げ速度で引き上げて、単結晶６を製造する。

[0054] この種子結晶の引き上げの際、制御部は、単結晶６におけるネック部形成工程、肩部形成工程、直胴部形成工程、テール部形成工程、冷却工程のうち、少なくとも直胴部形成工程における引き上げ時間を従来よりも短くして、寸法が従来のものより短い単結晶６を製造する。

具体的に、直胴部形成工程の引き上げ時間を従来よりも短くし、テール部形成工程の引き上げ時間を従来と同じにして、直胴部６３の長さが５５０ｍｍ以下、かつ、直胴部６３の上端６３Ａからドーパント添加融液４１の表面までの距離が６９０ｍｍ以下の状態で、単結晶６をドーパント添加融液４１から切り離す切り離し工程を行う。このような工程により、例えば、直胴部６３の長さが５５０ｍｍ、かつ、テール部６４の長さが１４０ｍｍの単結晶６を製造する。

以上の条件は、直胴部６３の上端６３Ａの温度が５９０℃以上の状態で、単結晶６をドーパント添加融液４１から切り離し、直胴部６３の全領域の各位置における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を、２０分以上２００分以下とするための条件であり、直胴部６３の全領域の熱履歴が図１７に実線で示すものとほぼ同じになり、単結晶６の中心温度履歴が図１８に実線で示すものとほぼ同じになる。

なお、引き上げ時間以外の条件、例えば加熱部３２による加熱条件は、従来と同じであってもよい。

[0055] すなわち、従来の寸法の単結晶を製造する場合には、テール部形成工程が終了して冷却工程に入るときに、単結晶の下端部（図２の固化率６０％より大きい部分）が５９０℃以上の温度で加熱されており、この状態から急激に冷却されるため、５７０℃±７０℃となる時間が短くなる（２００分以下となる）と考えられる。一方で、単結晶の上端部（図２の固化率６０％より小

さい部分）では、冷却工程に入るときに５９０℃未満の温度まで下がっており、この状態から急激に冷却したとしても、５７０℃±７０℃となる時間が下端部と比べて長くなる（２００分を超える）と考えられる。その結果、上端部でＳＦが多く発生し、下端部でＳＦの発生が抑制されると考えられる。

これに対して、本実施形態の図２１で示す製造方法では、従来よりも短い単結晶６を製造することで、テール部形成工程が終了して冷却工程に入るときに、単結晶６の直胴部６３の全領域を５９０℃以上にすることができ、この状態から急激に冷却することで、５７０℃±７０℃となる時間を従来の下端部と同様に短くすることができると考えられる。

その結果、上述したように、直胴部６３の全領域の熱履歴が図１７に実線で示すようになり、単結晶６の中心温度履歴が図１８に実線で示すようになり、当該領域の各位置における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間が２０分以上２００分以下となると考えられる。したがって、ＬＰＤの発生を直胴部６３の全領域にわたって抑制できる。

また、長さが１４０ｍｍのテール部６４が形成されるため、直胴部６３の全領域にわたって、ＳＦに起因するＬＰＤおよびスリップ転位の発生を抑制でき、収率を１００％にすることができる。

[0056] そして、１本の単結晶６の製造が終了した後、単結晶引き上げ装置１は、図２１に示すように、８０ｋｇのドーパント添加融液４１を生成するための素材４１１（ポリシリコン素材、赤リン（、ゲルマニウム））を石英坩堝３１１に投入して、次の単結晶６を製造する。

ここで、単結晶引き上げ装置１の制御部は、最後に製造する単結晶６以外の単結晶６の取り出しを待って冷却している間（冷却工程の間）、炉内圧力を１３．３ｋＰａ（１００ｔｏｒｒ）以上、６０ｋＰａ（４５０ｔｏｒｒ）以下に調整することが好ましい。炉内圧力が１３．３ｋＰａ未満の場合、揮発性ドーパントである赤リンが蒸発し、次に製造する単結晶６の抵抗率が上昇してしまう。一方、炉内圧力が６０ｋＰａを超える場合、蒸発物がチャンバ３０内に付着しやすくなり、単結晶６の単結晶化を阻害してしまう。

このように製造された単結晶６から得られるシリコンウェーハの抵抗率は、０．６ｍΩ・ｃｍ以上０．９ｍΩ・ｃｍ以下となる。また、シリコンウェーハの酸素濃度は、７×１０^{17}～１０×１０^{17}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}（ＩＧＦＡ（Ｉｎｅｒｔ　Ｇａｓ　Ｆｕｓｉｏｎ　Ａｎａｌｙｓｉｓ：不活性ガス融解法））であり、赤リンの濃度は、８．０×１０^{19}～１．１×１０^{20}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}であり、ゲルマニウムの濃度は、３．０×１０^{19}～３．０×１０^{20}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}となる。

また、このシリコンウェーハを１２００℃の水素雰囲気中で３０秒以上加熱すると、当該シリコンウェーハの表面においてＫＬＡ－Ｔｅｎｃｏｒ社製ＳＰ－１のＤＣＮモードで測定される９０ｎｍ以上のＬＰＤの個数は、０．１個／ｃｍ^{2}以下となる。すなわち、シリコンウェーハの表面に発生するピットの個数は０．１個／ｃｍ^{2}以下となる。

[0057] 〔エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法〕

次に、上述の製造方法で製造された単結晶６から、図示しないエピタキシャルシリコンウェーハを製造する方法について説明する。

まず、単結晶６からシリコン結晶板を切り出した（第１工程）後、そのシリコンウェーハの表層から酸素をアニールアウトするために、シリコンウェーハのプリベーク処理を行う（第２工程）。

ここで、望ましくは、プリベーク処理は、１１５０℃～１２００℃の水素雰囲気中で行われ、プリベーク時間は３０秒以上（例えば最短の３０秒）である。

プリベーク処理の後に、ＣＶＤ法によりシリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成する（第３工程）。ここで、エピタキシャル成長のプロセス温度は、１０００℃～１１５０℃の範囲内であり、望ましくは、１０５０℃～１０８０℃の範囲内である。

以上の製造プロセスにより、シリコンウェーハの抵抗率が０．６ｍΩ・ｃｍ以上０．９ｍΩ・ｃｍ以下と非常に低く、かつ、エピタキシャル膜のミスフィット転位が極めて少なく、かつ、ＳＦ（スタッキングフォルト）に起因

するＬＰＤの個数も０．１個／ｃｍ^{2}以下という、パワーＭＯＳトランジスタ用として十分に実用的であるシリコンエピタキシャルウェーハが製造される。

[0058] このようにシリコンウェーハの抵抗率が非常に低く、かつ、ＳＦ（スタッキングフォルト）に起因するＬＰＤも非常に少ない高品質のシリコンエピタキシャルウェーハは、従来の製造方法では製造不可能であり、上述した本発明に従う製造方法によってのみ製造可能な、新規なものである。

[0059] 〔他の実施形態〕

なお、本発明は上記実施形態にのみ限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内において種々の改良ならびに設計の変更などが可能である。

[0060] 例えば、図２１に示すようなマルチ引き上げ法ではなく、図２２に示すように、単結晶引き上げ装置１を用いて、同一の石英坩堝３１１を利用し、かつ、複数本分のドーパント添加融液４１を一度にチャージして、複数本の単結晶６を１本ずつ引き上げるいわゆる抜き取り引き上げ法により、単結晶６を製造してもよい。

ここで、単結晶引き上げ装置１の制御部は、２本の単結晶６を製造する場合、１本目の単結晶を引き上げた後、取り出しを待って冷却している間（冷却工程の間）、炉内圧力を１３．３ｋＰａ以上、６０ｋＰａ以下に調整することが好ましい。このように炉内圧力を調整することが好ましい理由は、前記実施形態のマルチ引き上げ法の理由と同じである。

なお、マルチ引上げ法を行う場合でも、最後の単結晶を引上げる際に原料を追加せず、上記抜き取り引上げ法が適用できる。

例えば、初期段階として、１６０ｋｇのドーパント添加融液４１をチャージして、直胴部６３の長さが５５０ｍｍ、かつ、テール部６４の長さが１４０ｍｍの単結晶６を３回連続で引き上げる方法を適用してもよい。このような方法によっても、直胴部６３の全領域の各位置における温度が５７０℃±７０℃の範囲内となる時間を、２０分以上２００分以下とすることができる

。

単結晶の直径は、２００ｍｍを超えてもよいし、２００ｍｍ未満であってもよい。

[0061] 切り離し工程を行うときの直胴部６３の上端６３Ａの温度が５９０℃以上であれば、直胴部６３とテール部６４とを合わせた長さが６９０ｍｍ以下であってもよい。この場合、収率が１００％になることが好ましいが、仮に直胴部６３の下端６３Ｂ側にスリップ転位が発生しても、収率が９０％以上になる条件であれば、直胴部６３の長さは、５５０ｍｍを超えてもよいし、５５０ｍｍ未満であってもよい。また、収率が９０％以上になる条件であれば、テール部６４の長さは、１４０ｍｍ未満であってもよいし、１４０ｍｍを超えてもよいし、切り離し工程を行う際に、直胴部６３の下端６３Ｂにテール部６４が形成されていない単結晶をドーパント添加融液４１から切り離してもよい。

[0062] 上記実施形態において、直胴部６３の上端６３Ａからドーパント添加融液４１の表面までの距離が７３０ｍｍ以下の状態で、切り離し工程を行ってもよい。この場合、直胴部６３の上端６３Ａの温度が５９０℃未満の状態で切り離し工程が行われ、直胴部６３の上端６３Ａ側にＳＦが発生したり、直胴部６３の下端６３Ｂ側にスリップ転位が発生したりする可能性があるが、収率を９０％以上にすることができ、生産効率上、大きな影響を及ぼすことなく、ＳＦに起因するＬＰＤの発生が抑制されたエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。なお、このような条件としては、図１９に示すように、直胴部６３の長さが５５０ｍｍであり、テール部６４の長さが１８０ｍｍの場合が例示できるが、直胴部６３とテール部６４とを合わせた長さが７３０ｍｍ以下、かつ、収率が９０％以上となる条件であれば、直胴部６３の長さが５５０ｍｍを超えてもよいし、５５０ｍｍ未満であってもよいし、テール部６４の長さが、１８０ｍｍ未満であってもよいし、１８０ｍｍを超えてもよいし、切り離し工程を行う際に、直胴部６３の下端６３Ｂにテール部６４が形成されていない単結晶をドーパント添加融液４１から切り離して

もよい。

符号の説明

[0063] １…単結晶引き上げ装置

６…単結晶

３０…チャンバ

３１…坩堝

３３…引き上げ部としての引き上げケーブル

４１…ドーパント添加融液

６３…直胴部

６４…テール部

請求の範囲

[請求項1] チャンバと、

このチャンバ内に配置されシリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、

種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部と、を備えた単結晶引き上げ装置を利用した単結晶の製造方法であって、

前記単結晶の抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加した前記ドーパント添加融液に、前記種子結晶を接触させた後に引き上げることで、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程と、

前記直胴部の上端の温度が５９０℃以上の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離す切り離し工程とを行うことを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項2] 請求項１に記載の単結晶の製造方法において、

前記切り離し工程は、前記直胴部の上端から前記ドーパント添加融液の表面までの距離が６９０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項3] 請求項２に記載の単結晶の製造方法において、

前記切り離し工程は、前記直胴部の長さが５５０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項4] 請求項２または請求項３に記載の単結晶の製造方法において、

前記直胴部の下端にテール部を形成するテール部形成工程を行い、前記テール部形成工程は、長さが１００ｍｍ以上かつ１４０ｍｍ以下の前記テール部を形成することを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項5] チャンバと、

このチャンバ内に配置されシリコン融液に赤リンを添加したドーパ

ント添加融液を収納可能な坩堝と、

種子結晶を前記ドーパント添加融液に接触させた後に引き上げる引き上げ部と、を備えた単結晶引き上げ装置を利用した単結晶の製造方法であって、

前記単結晶の抵抗率が０．９ｍΩ・ｃｍ以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加した前記ドーパント添加融液に、前記種子結晶を接触させた後に引き上げることで、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程と、

前記直胴部の上端から前記ドーパント添加融液の表面までの距離が７３０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離す切り離し工程とを行うことを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項6] 請求項５に記載の単結晶の製造方法において、

前記切り離し工程は、前記直胴部の長さが５５０ｍｍ以下の状態で、前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項7] 請求項５または請求項６に記載の単結晶の製造方法において、

前記直胴部の下端にテール部を形成するテール部形成工程を行い、前記テール部形成工程は、長さが１００ｍｍ以上かつ１８０ｍｍ以下の前記テール部を形成することを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項8] 請求項１、請求項２および請求項５のうちいずれか一項に記載の単結晶の製造方法において、

前記切り離し工程は、前記直胴部の下端にテール部が形成されていない前記単結晶を前記ドーパント添加融液から切り離すことを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項9] 請求項１から請求項８のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法において、

１本の単結晶を製造可能な量の前記ドーパント添加融液を前記坩堝に収容し、１本の単結晶を製造する毎に前記坩堝にシリコン多結晶原

料と赤リンとを追加して、次の単結晶を製造することを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項10] 請求項１から請求項９のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法において、

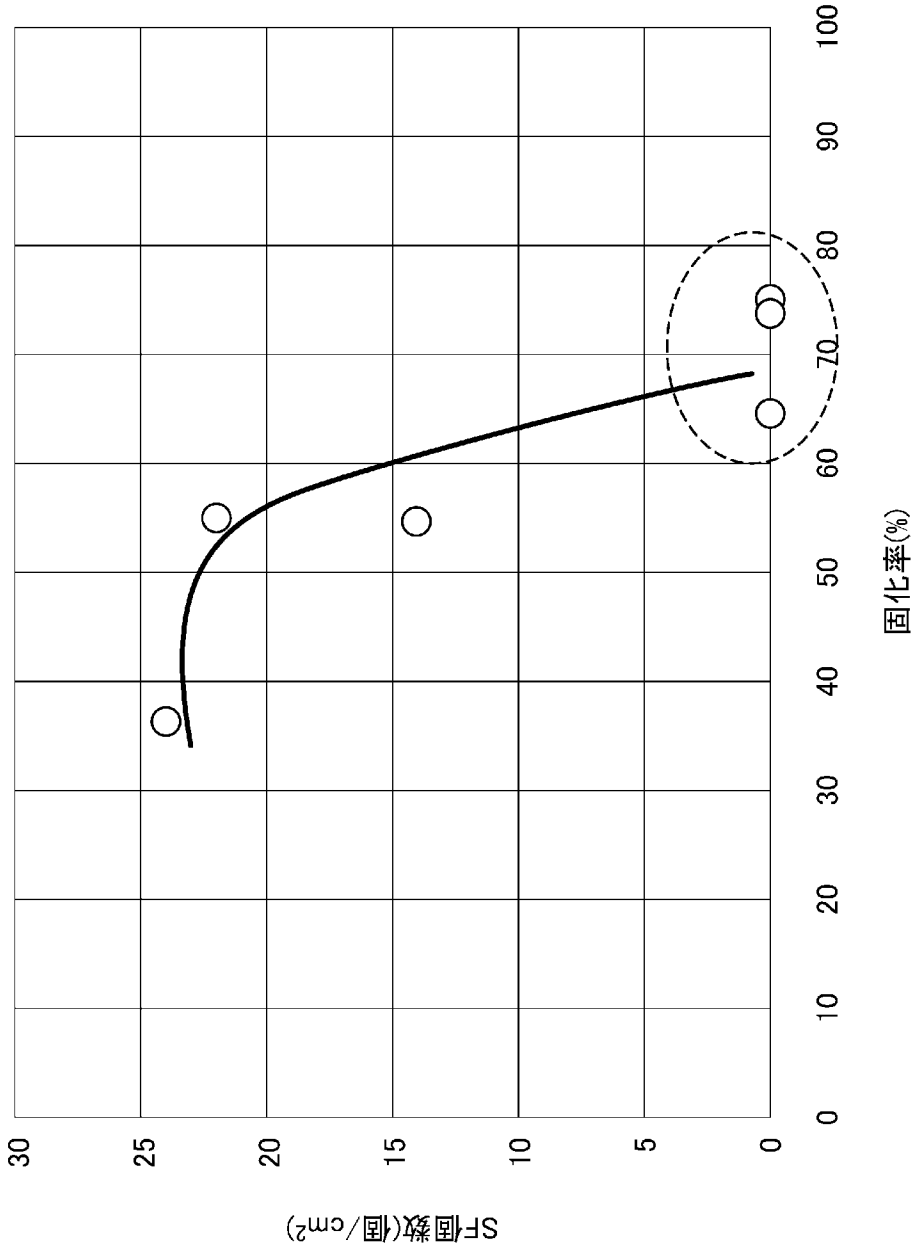
複数本の単結晶を製造可能な量の前記ドーパント添加融液を前記坩堝に収容し、前記坩堝にシリコン多結晶原料と赤リンとを追加することなく、前記複数本の単結晶を１本ずつ製造することを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項11] 請求項１から請求項１０のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法により製造された単結晶の直胴部からシリコンウェーハを切り出すことを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。

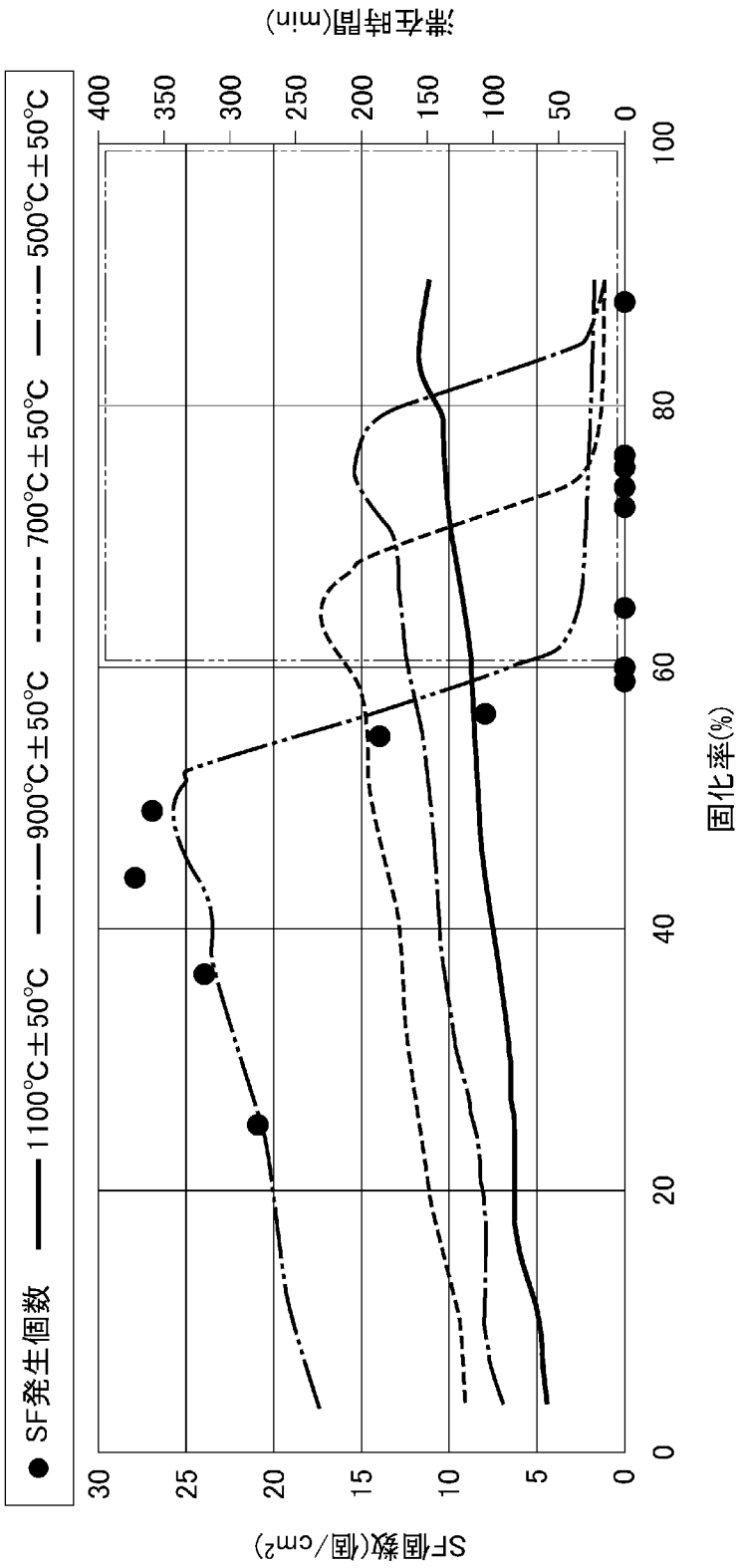
[請求項12] 請求項１１に記載のシリコンウェーハの製造方法により製造されたシリコンウェーハを水素雰囲気中で加熱する第１工程と、

前記第１工程の後に、前記シリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成してエピタキシャルシリコンウェーハを製造する第２工程とを行うことを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

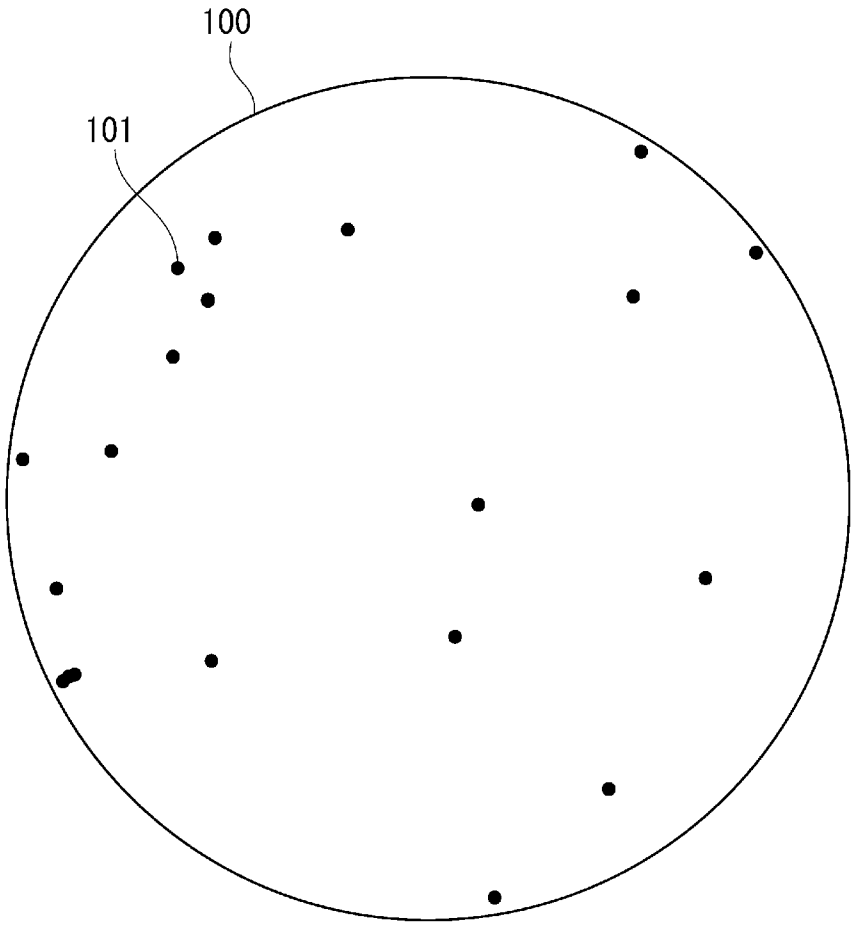
[図1]



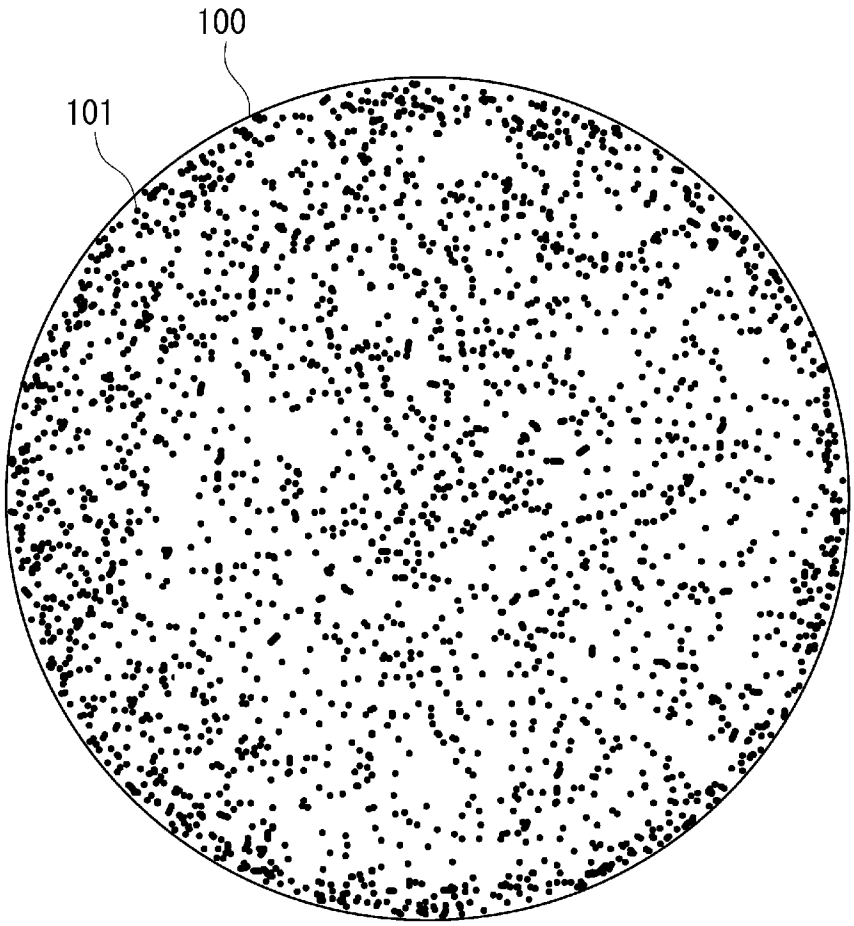
[図2]


● SF発生個数
1100℃±50℃
900℃±50℃
700℃±50℃
500℃±50℃
SF個数(個/cm²)
滞在時間(min)
固化率(%)
0
5
10
15
20
25
30
0
50
100
150
200
250
300
350
400
0
20
40
60
80
100

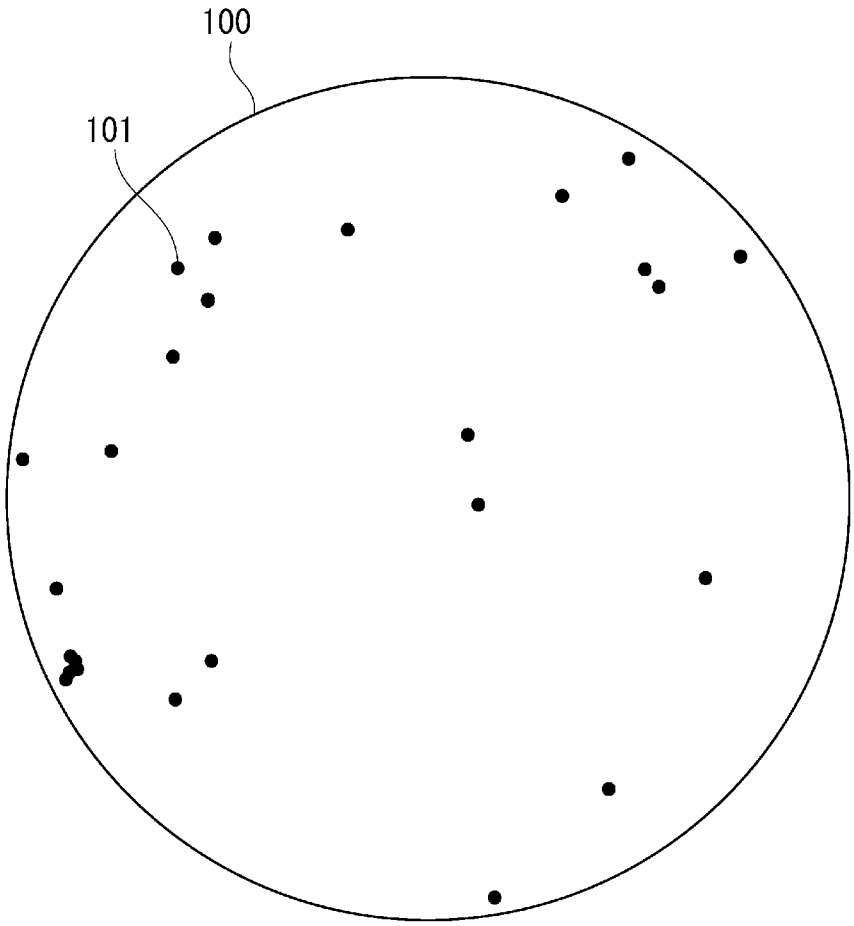
[図3]



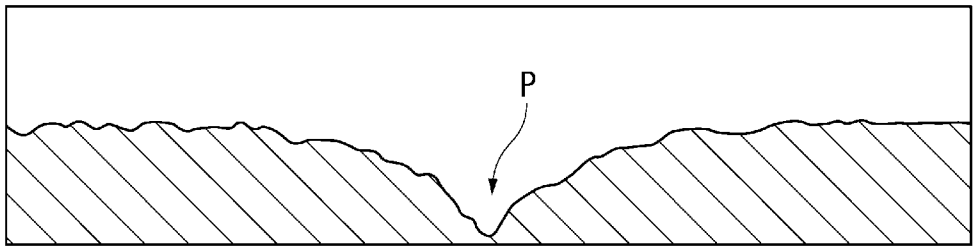
[図4]



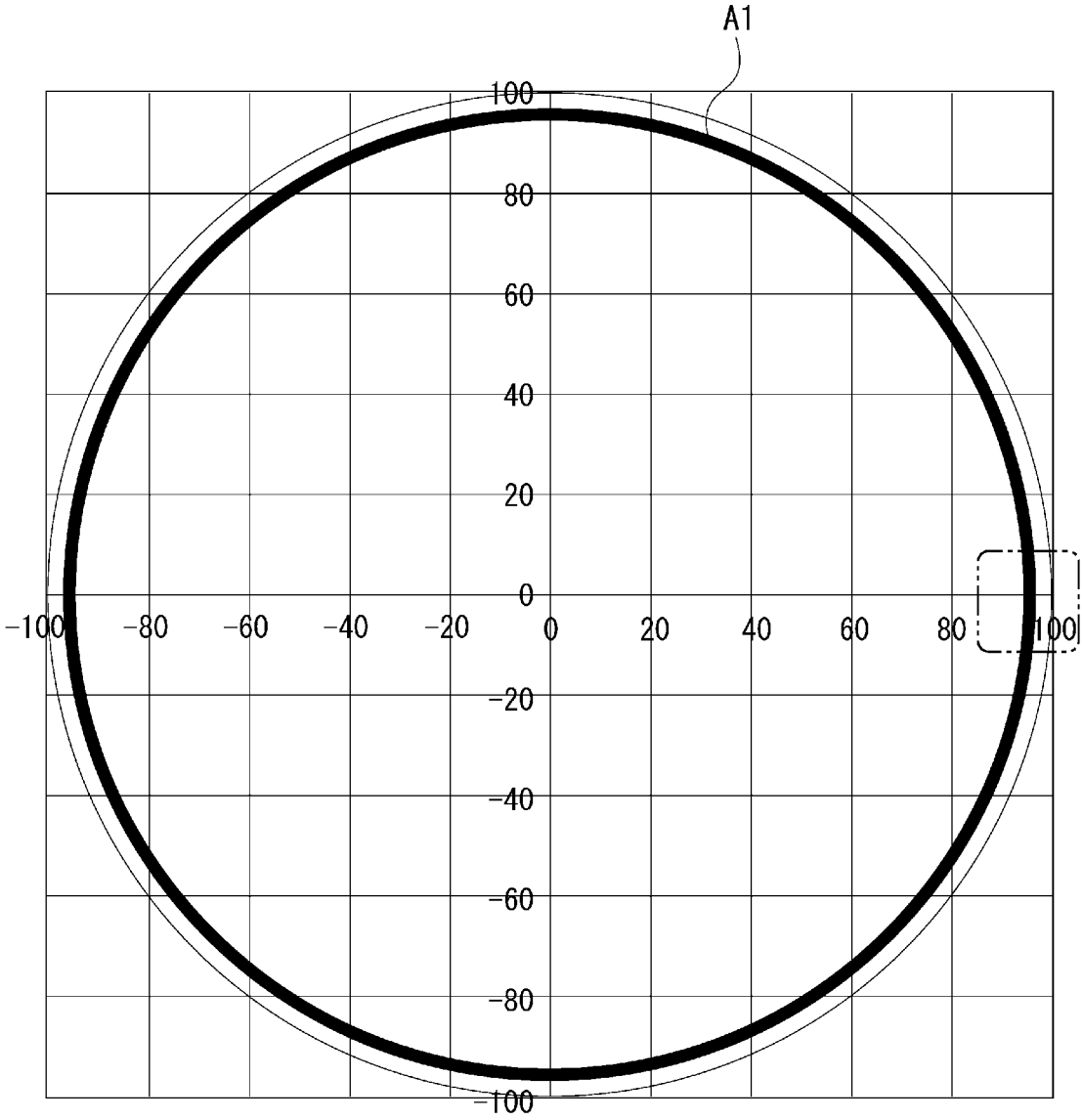
[図5]



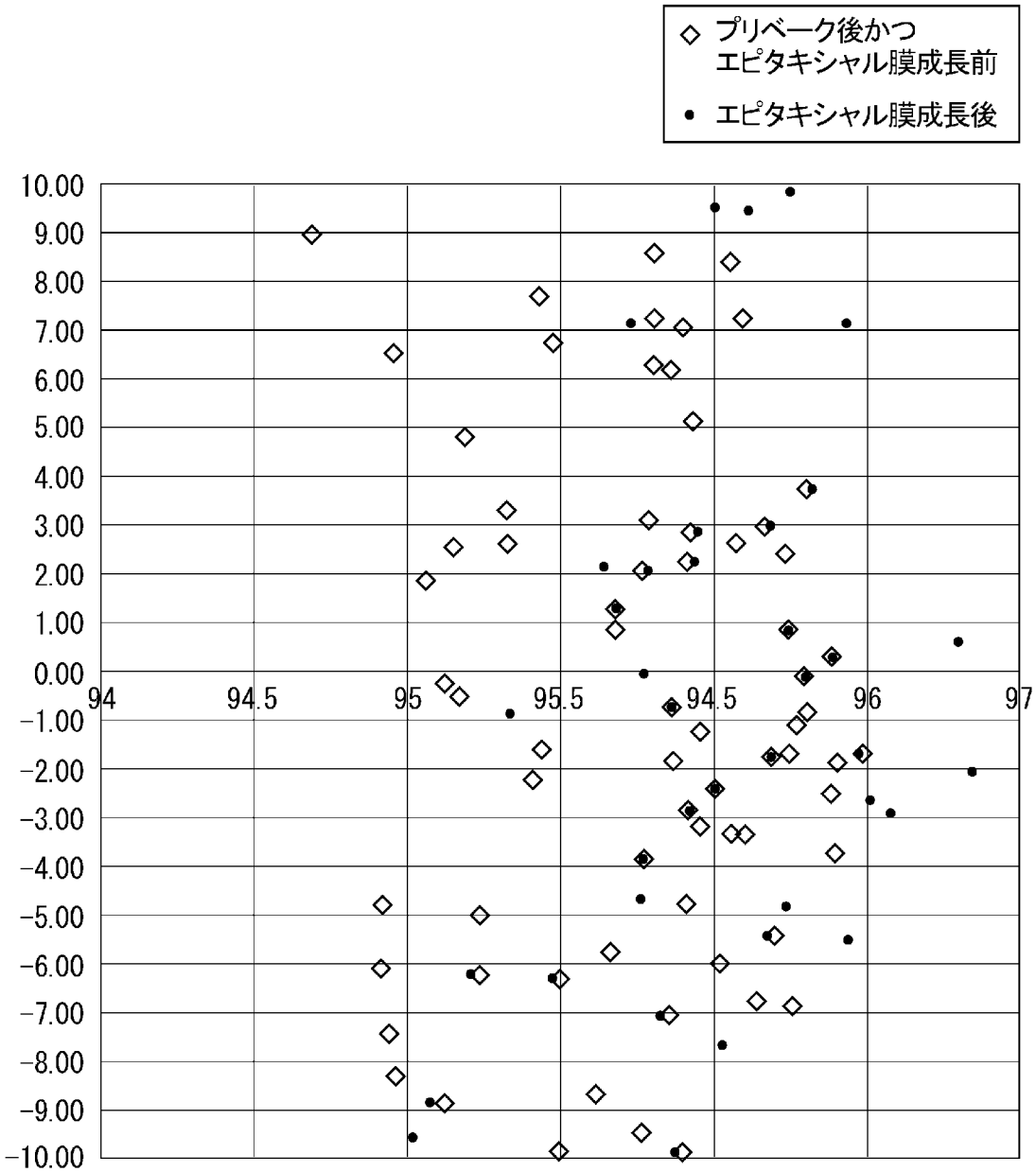
[図6]



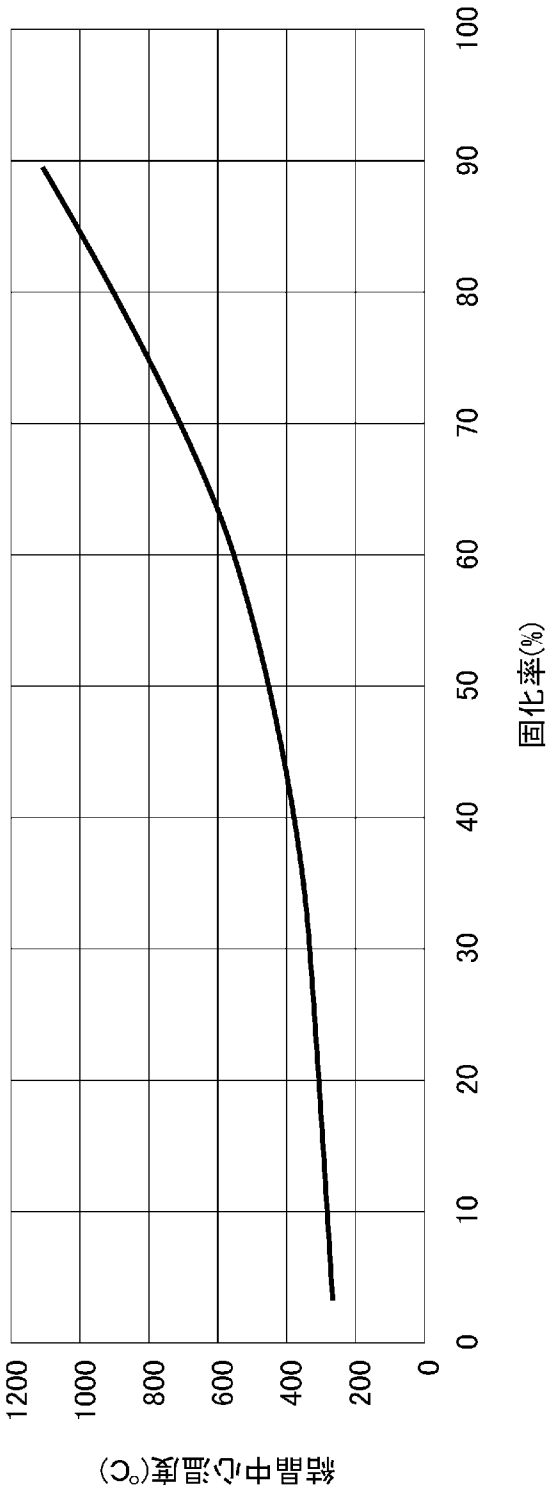
[図7]



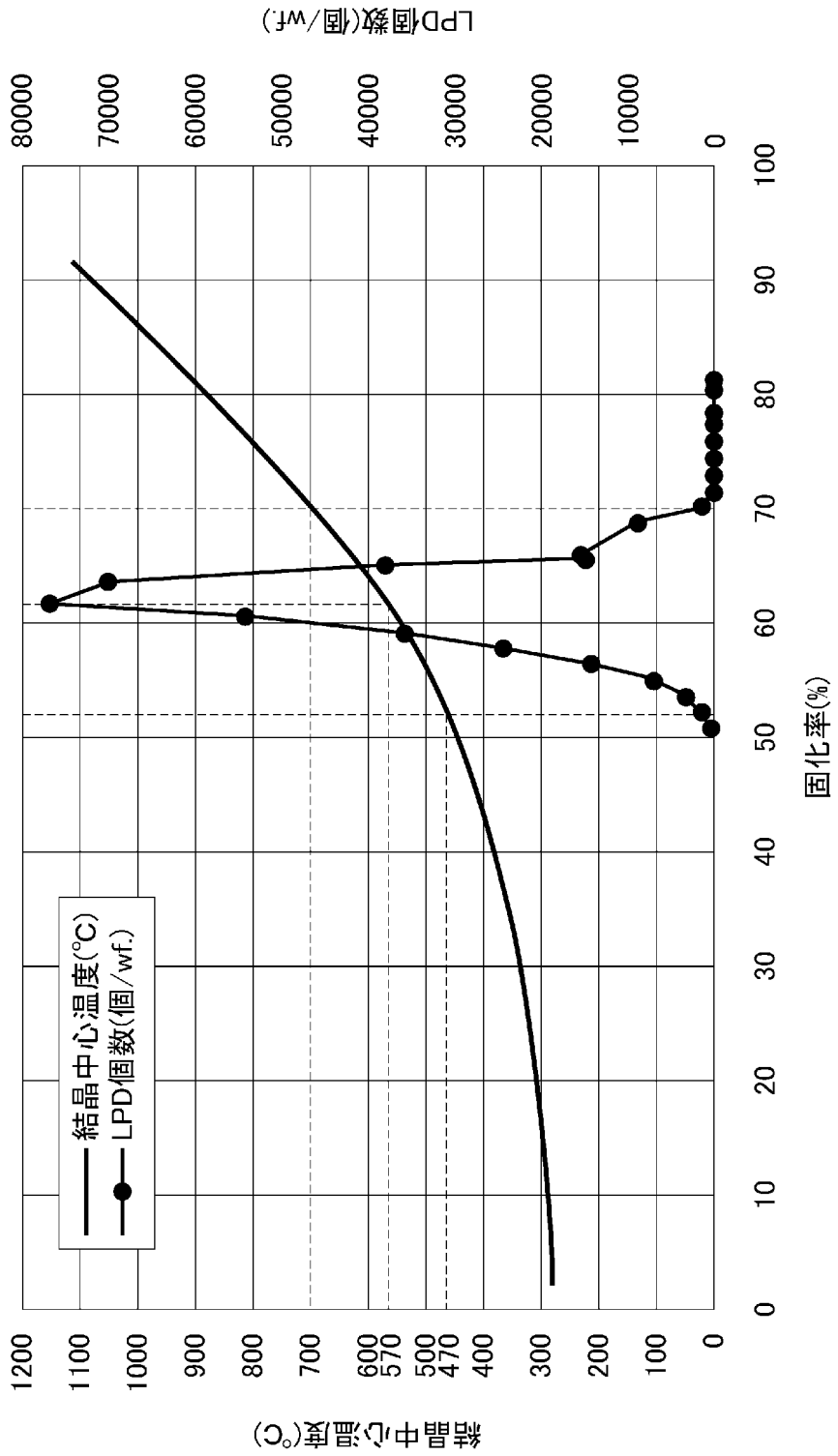
[図8]


プリベーク後かつ
エピタキシャル膜成長前
エピタキシャル膜成長後
10.00
9.00
8.00
7.00
6.00
5.00
4.00
3.00
2.00
1.00
0.00
-1.00
-2.00
-3.00
-4.00
-5.00
-6.00
-7.00
-8.00
-9.00
-10.00
94
94.5
95
95.5
94.5
96
97

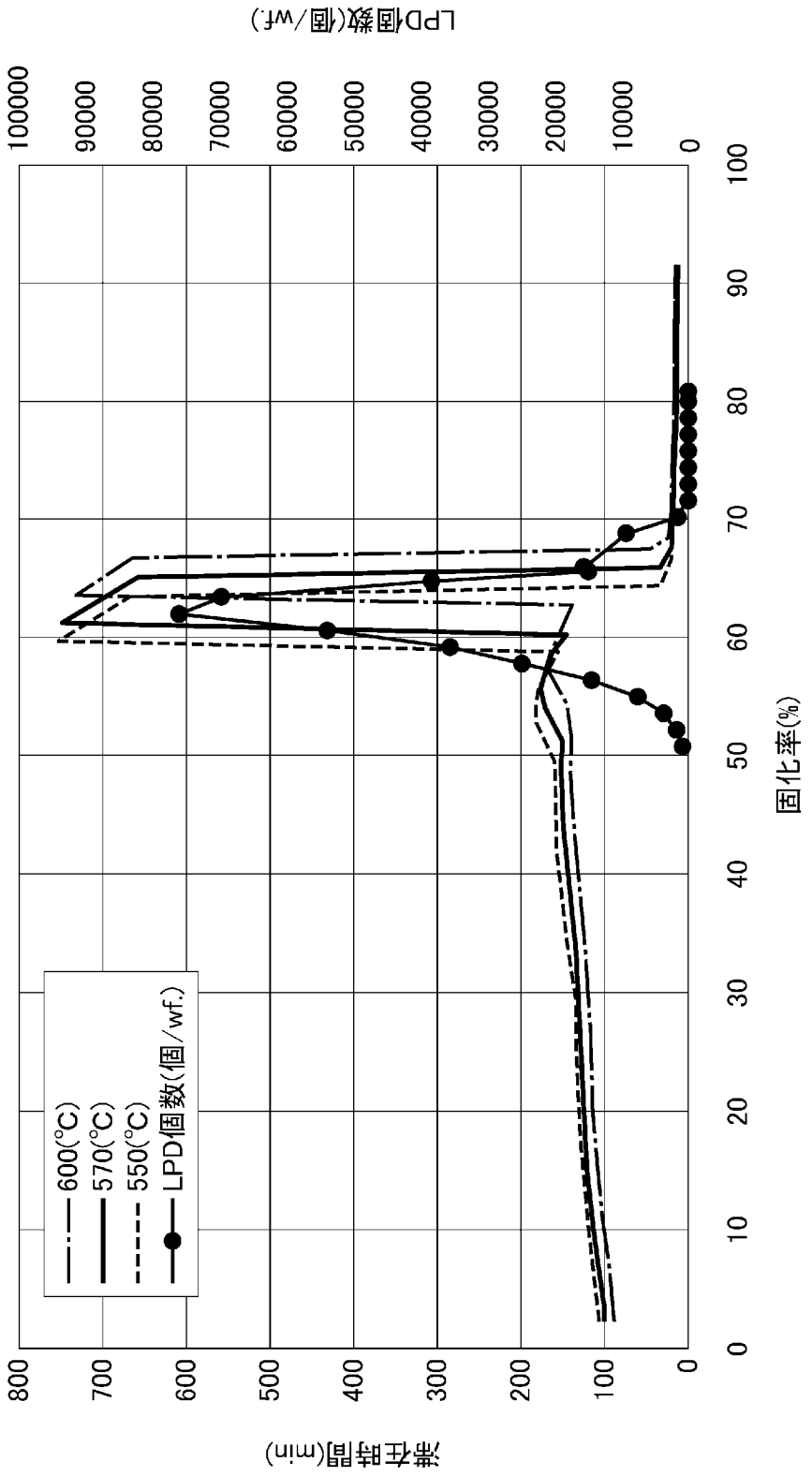
[図9]


結晶中心温度(°C)
1200
1000
800
600
400
200
0
固化率(%)
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100

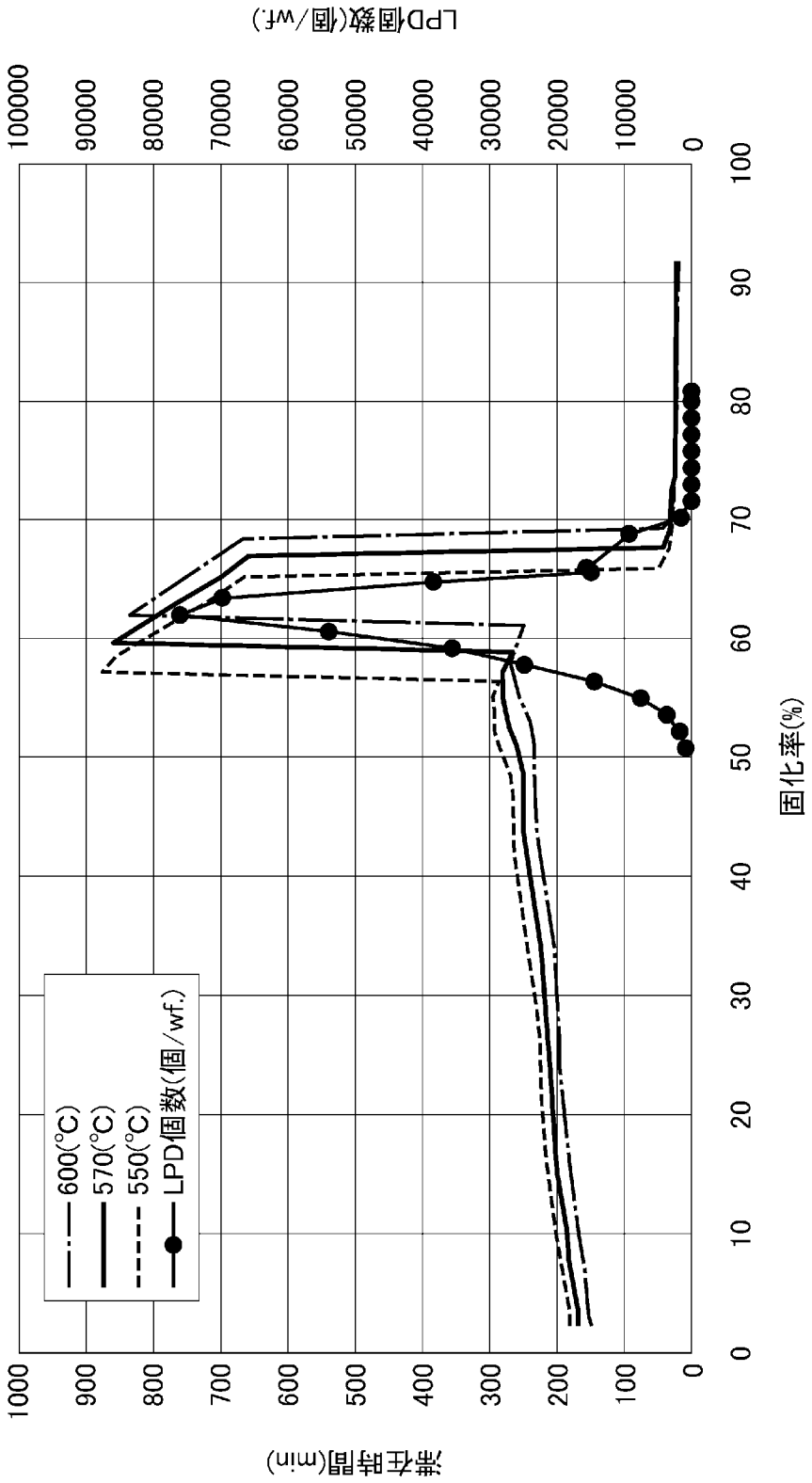
[図10]


結晶中心温度(℃)
LPD個数(個/wf.)
固化率(%)
結晶中心温度(℃)
LPD個数(個/wf.)
1200
1100
1000
900
800
700
600
570
500
470
400
300
200
100
0
80000
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100

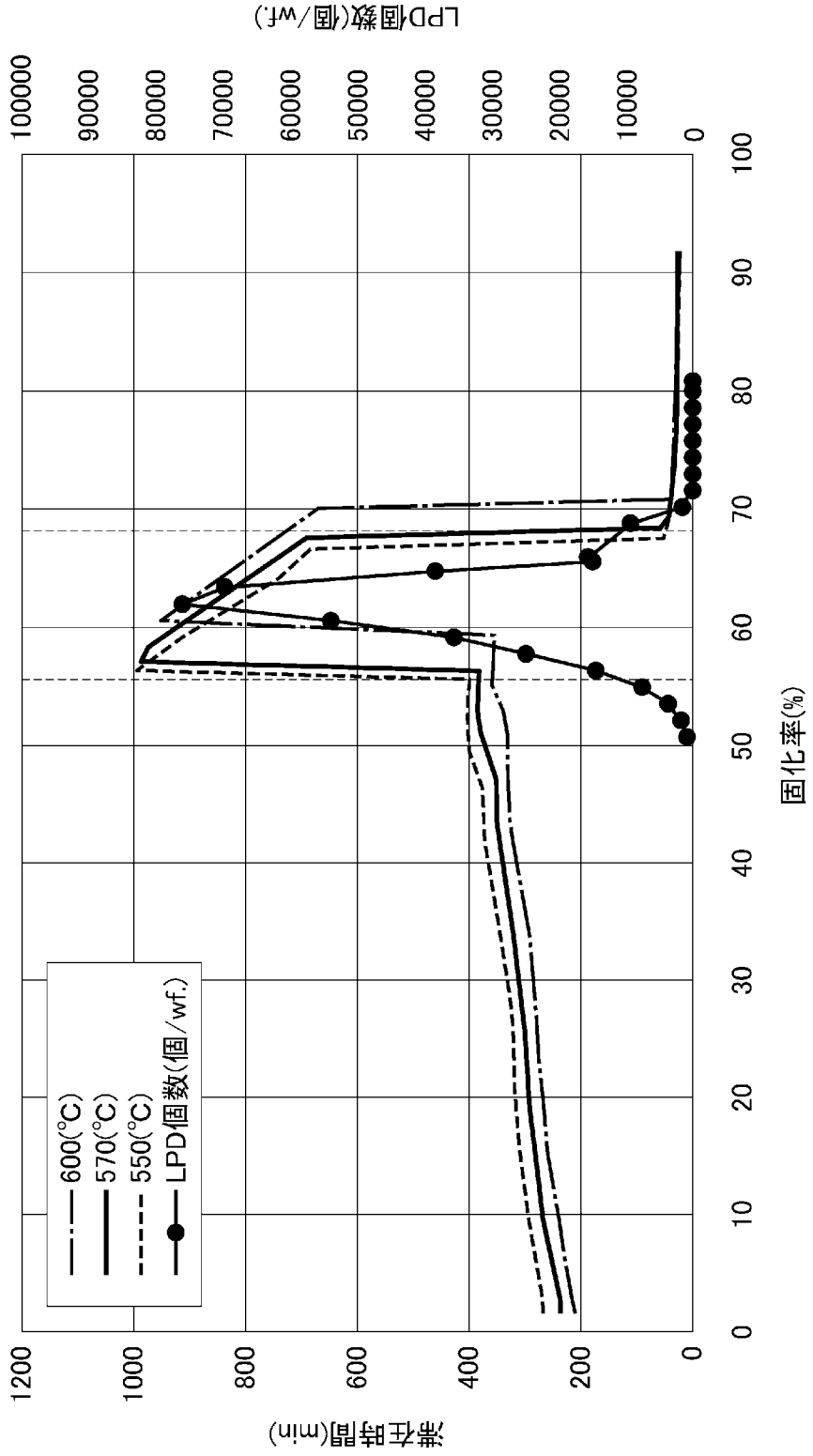
[図11]


LPD個数(個/wf.)
100000
90000
80000
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
固化率(%)
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
滞在時間(min)
800
700
600
500
400
300
200
100
0
600(℃)
570(℃)
550(℃)
LPD個数(個/wf.)

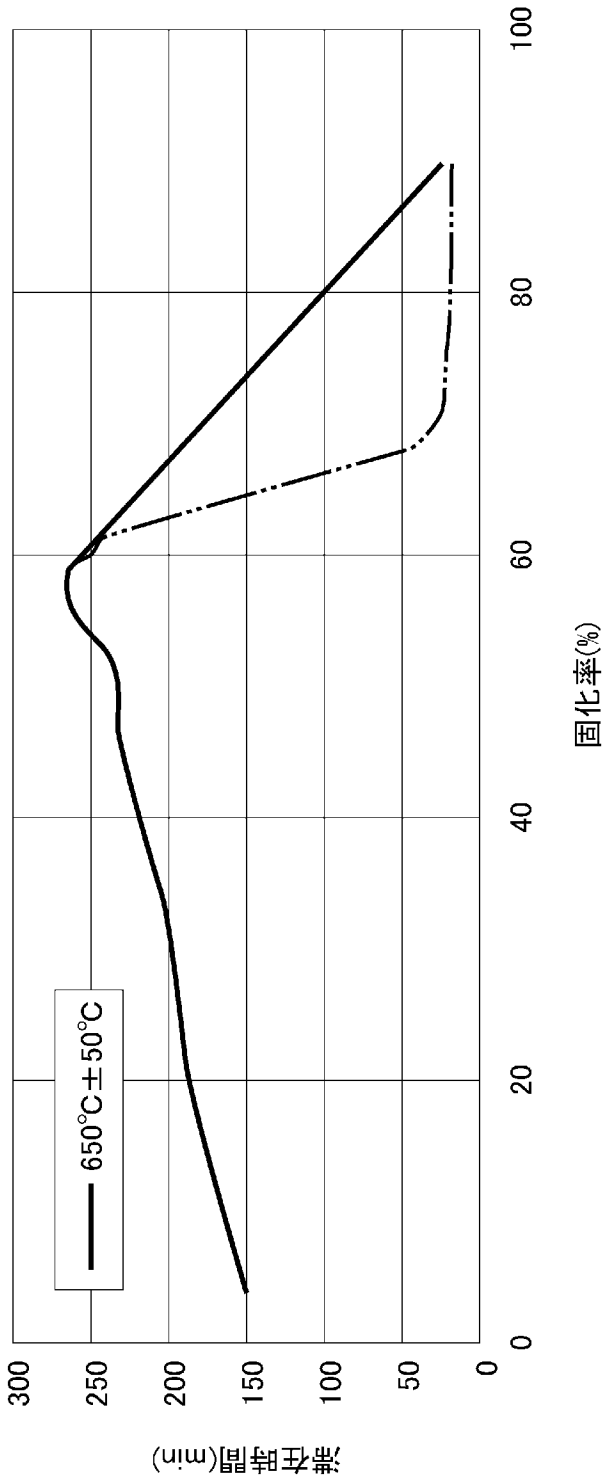
[図12]


LPD個数(個/wf.)
滞在時間(min)
固化率(%)
600(℃)
570(℃)
550(℃)
LPD個数(個/wf.)
0
100
200
300
400
500
600
700
800
900
1000
0
10000
20000
30000
40000
50000
60000
70000
80000
90000
100000
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100

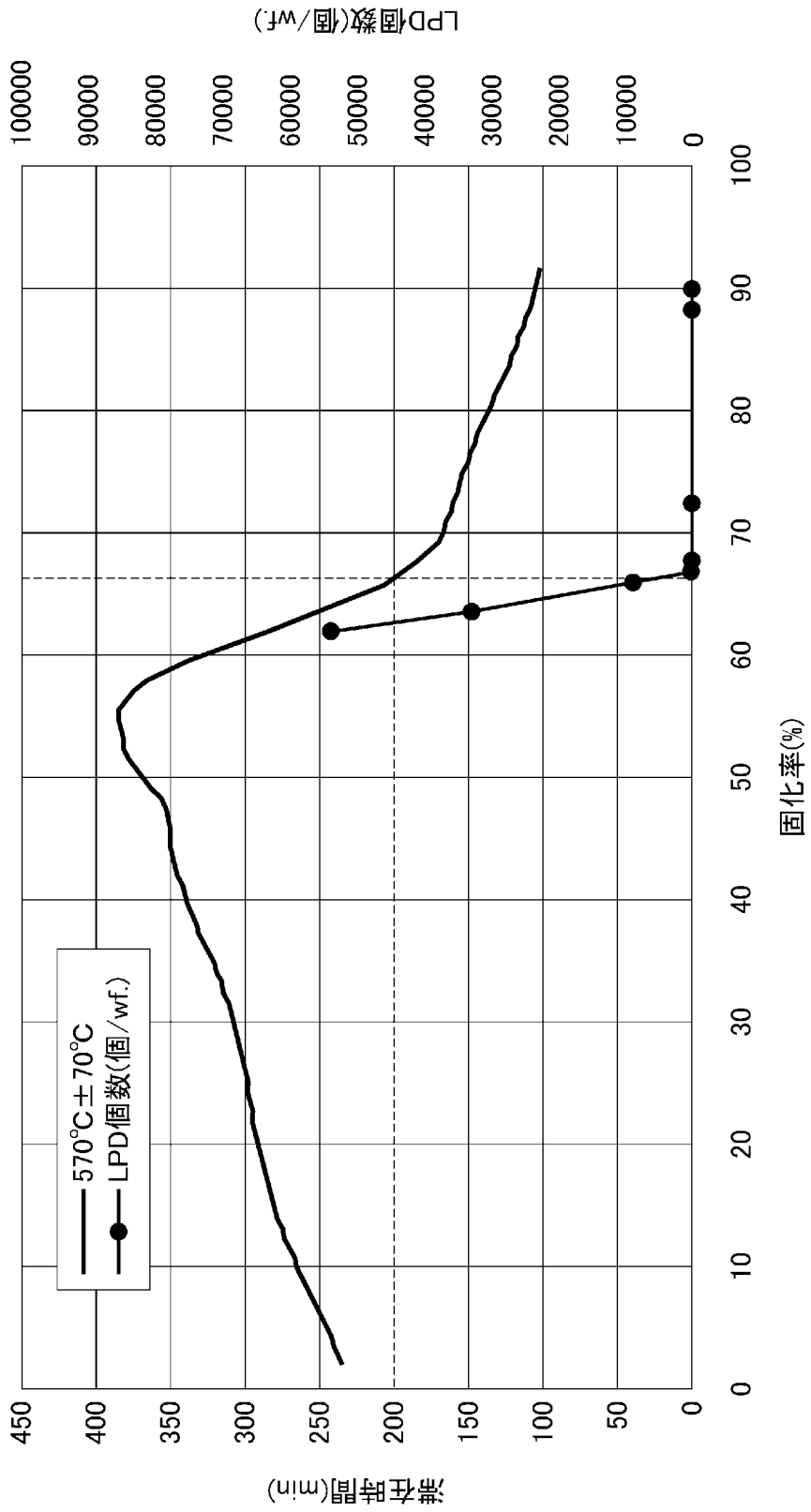
[図13]


LPD個数(個/wf.)
100000
90000
80000
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
固化率(%)
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
滞在時間(min)
1200
1000
800
600
400
200
0
600(℃)
570(℃)
550(℃)
LPD個数(個/wf.)

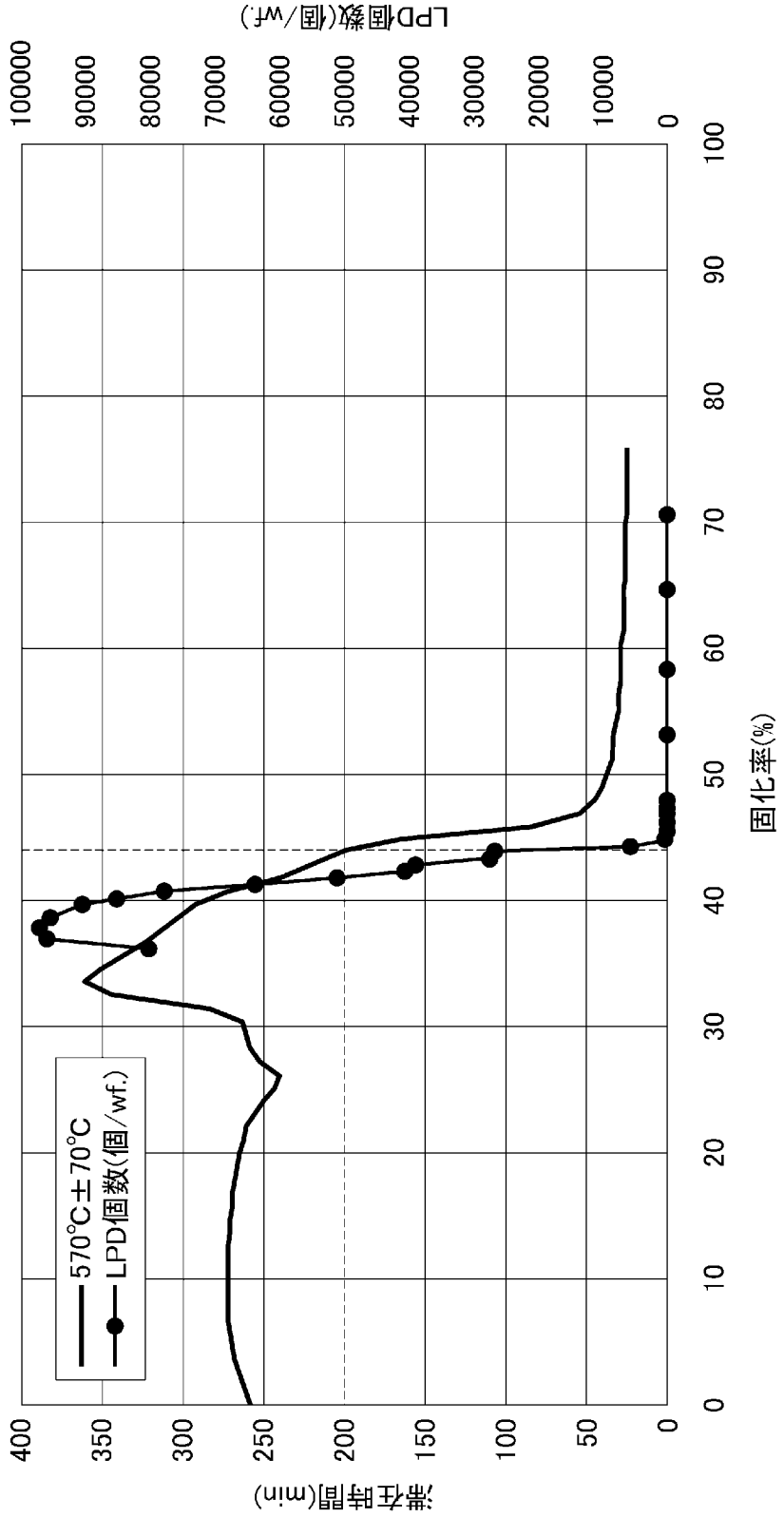
[図14]



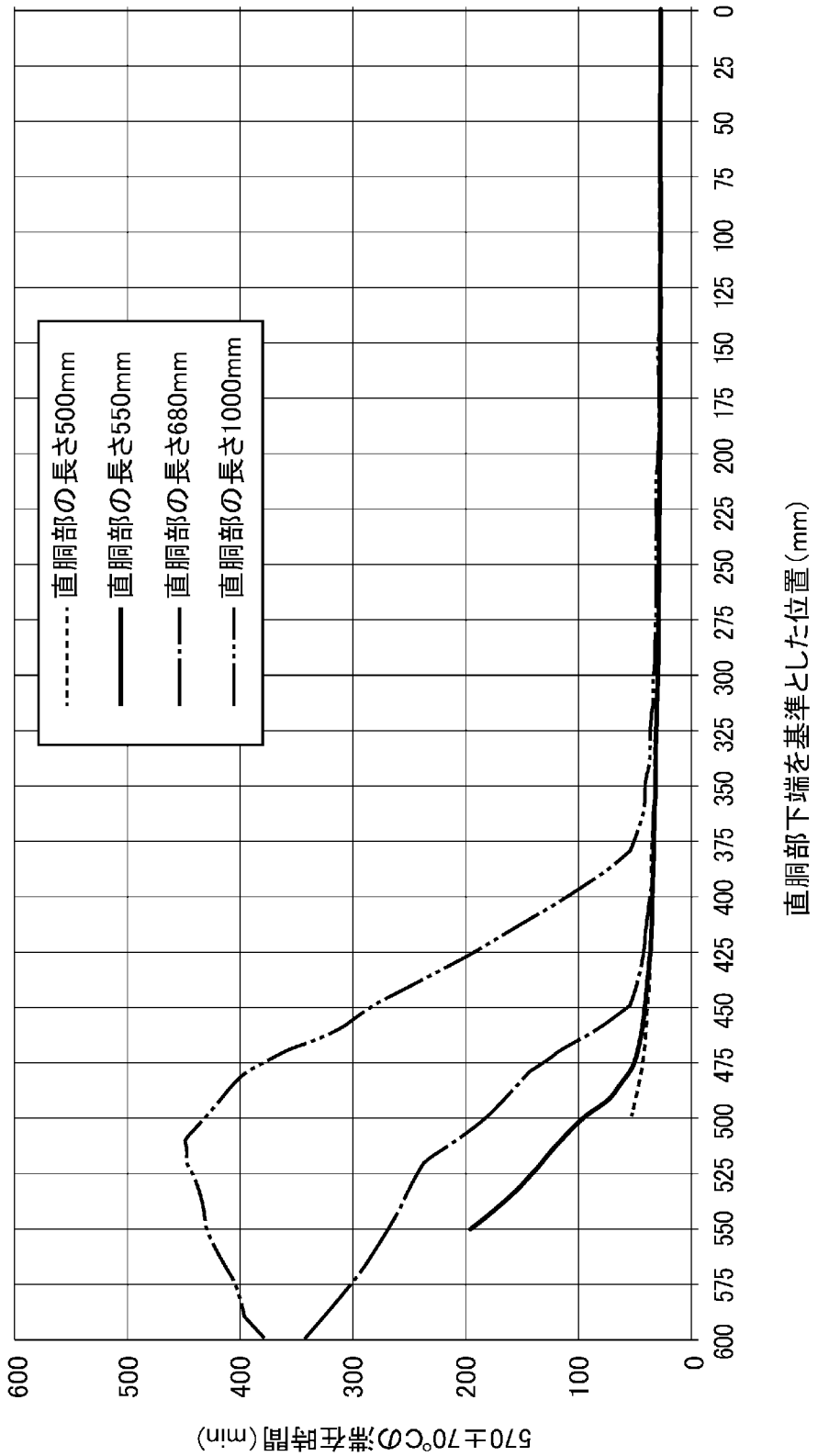
[図15]


LPD個数(個/wf.)
100000
90000
80000
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
固化率(%)
滞在時間(min)
450
400
350
300
250
200
150
100
50
0
570℃±70℃
LPD個数(個/wf.)

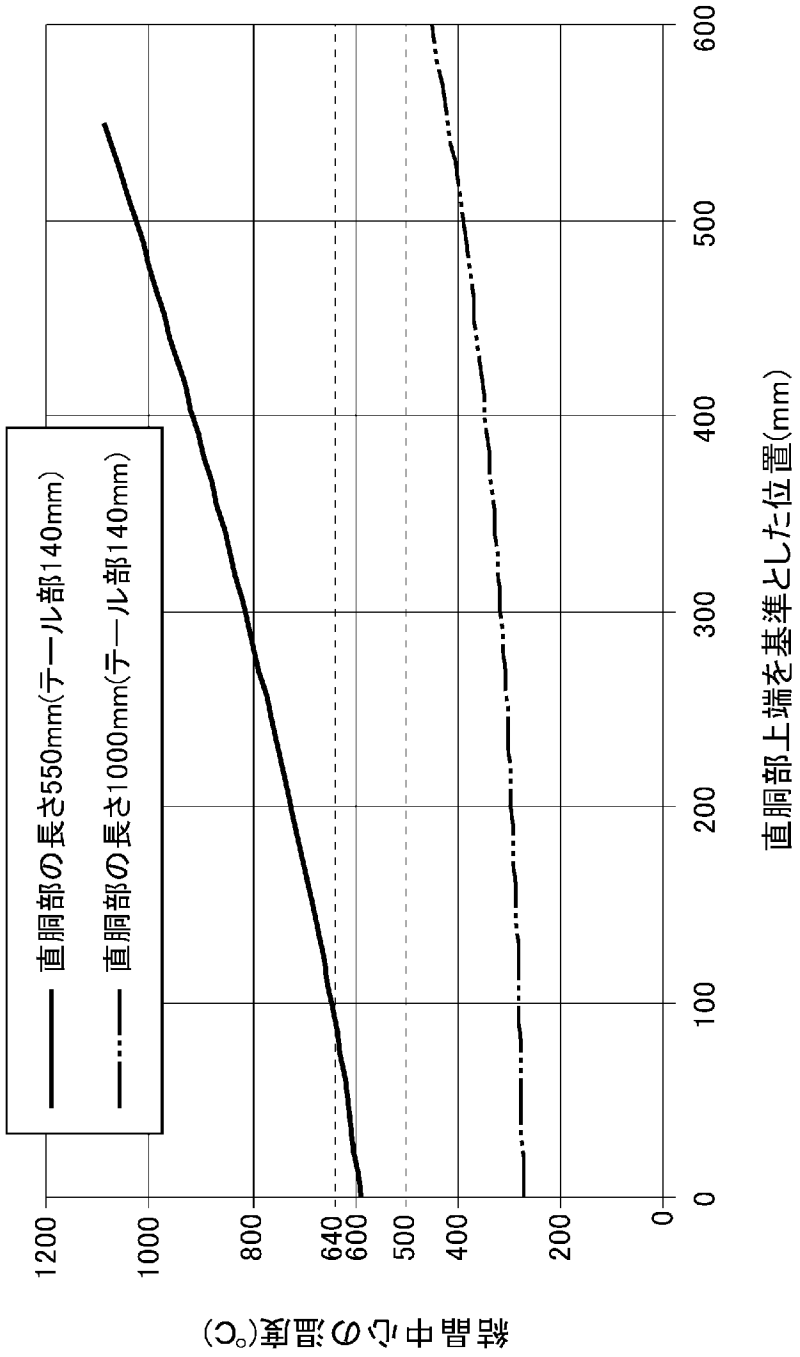
[図16]


LPD個数(個/wf.)
100000
90000
80000
70000
60000
50000
40000
30000
20000
10000
0
固化率(%)
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90
100
滞在時間(min)
400
350
300
250
200
150
100
50
0
570℃±70℃
LPD個数(個/wf.)

[図17]


直胴部の長さ500mm
直胴部の長さ550mm
直胴部の長さ680mm
直胴部の長さ1000mm
570±70℃の滞在時間(min)
直胴部下端を基準とした位置(mm)
0
100
200
300
400
500
600
0
25
50
75
100
125
150
175
200
225
250
275
300
325
350
375
400
425
450
475
500
525
550
575
600

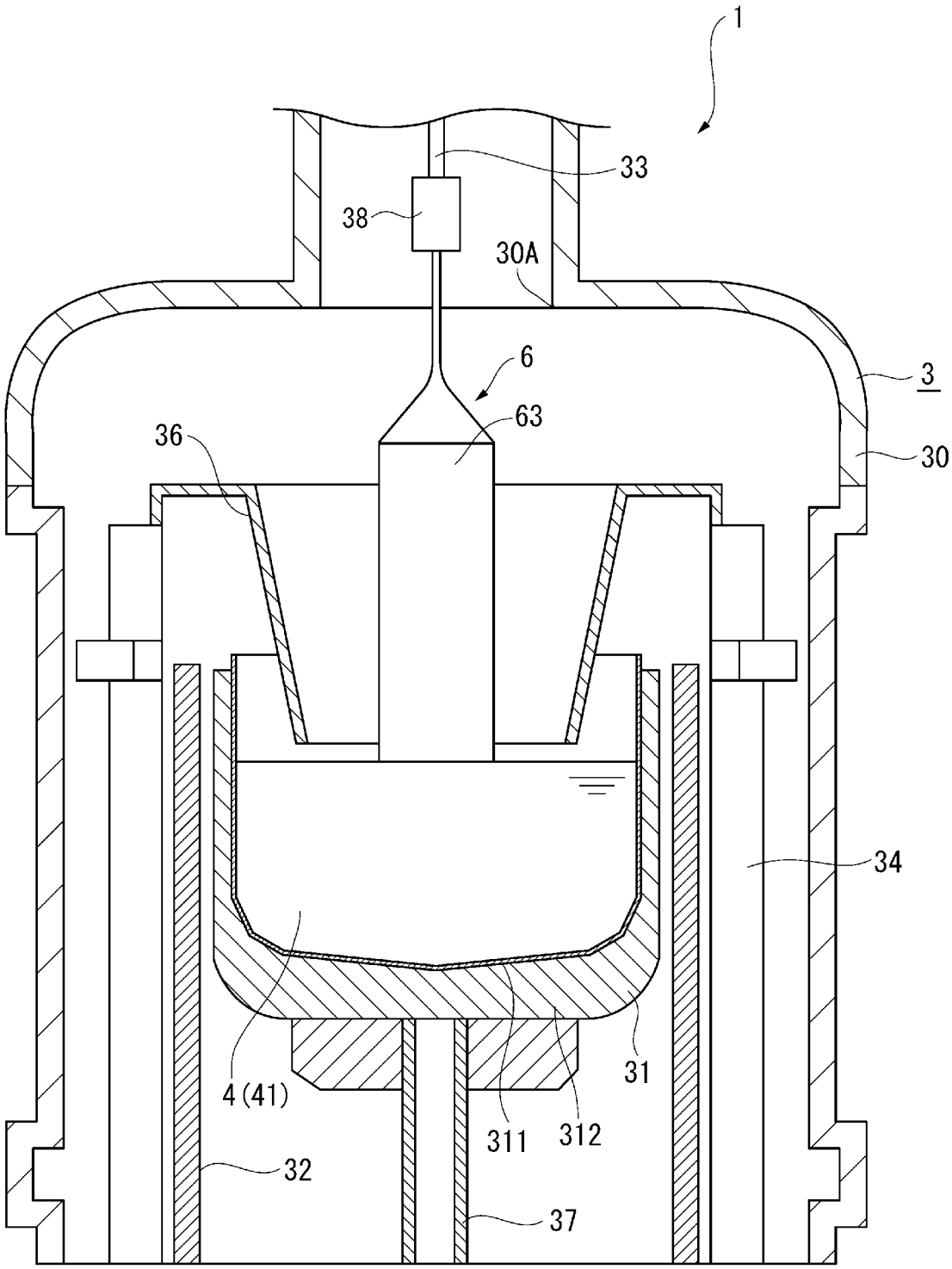
[図18]


直胴部の長さ550mm(テール部140mm)
直胴部の長さ1000mm(テール部140mm)
結晶中心の温度(℃)
1200
1000
800
640
600
500
400
200
0
0
100
200
300
400
500
600
直胴部上端を基準とした位置(mm)

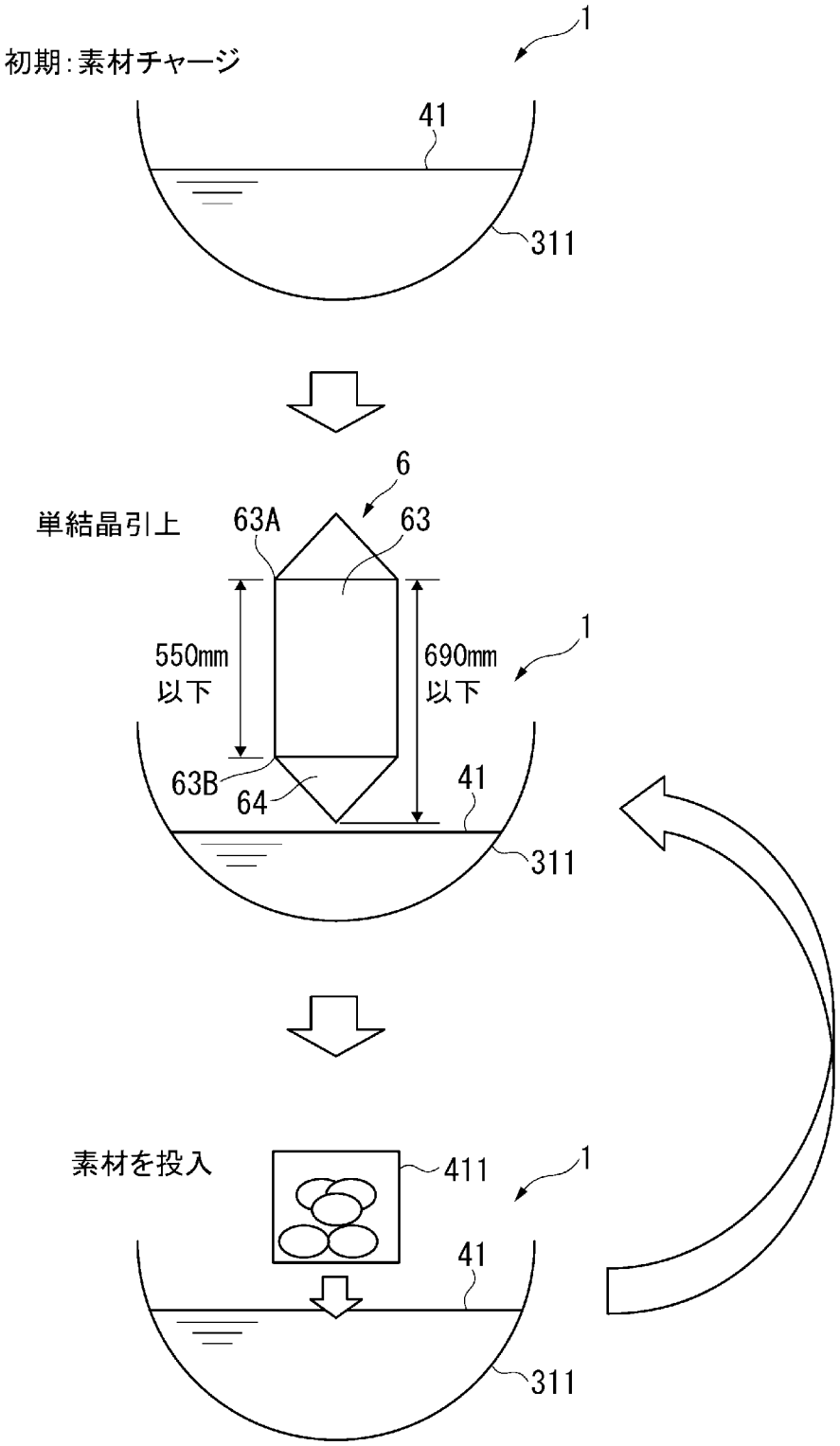
[図19]

直胴部の長さ [B] (mm)	テール部の長さ (mm)	直胴部における SF未発生領域の長さ (mm)	直胴部における スリップ転位の長さ (mm)	製品の長さ [A] (mm)	収率 [A] / [B]
550	200	490	0	490	89%
	180	510	0	510	93%
	140	550	0	550	100%
	100	550	30	520	95%
	0（テール部無し）	550	80	470	85%
1000	200	360	0	360	36%
	180	380	0	380	38%
	140	420	0	420	42%
	100	460	30	430	43%
	0（テール部無し）	560	80	480	48%

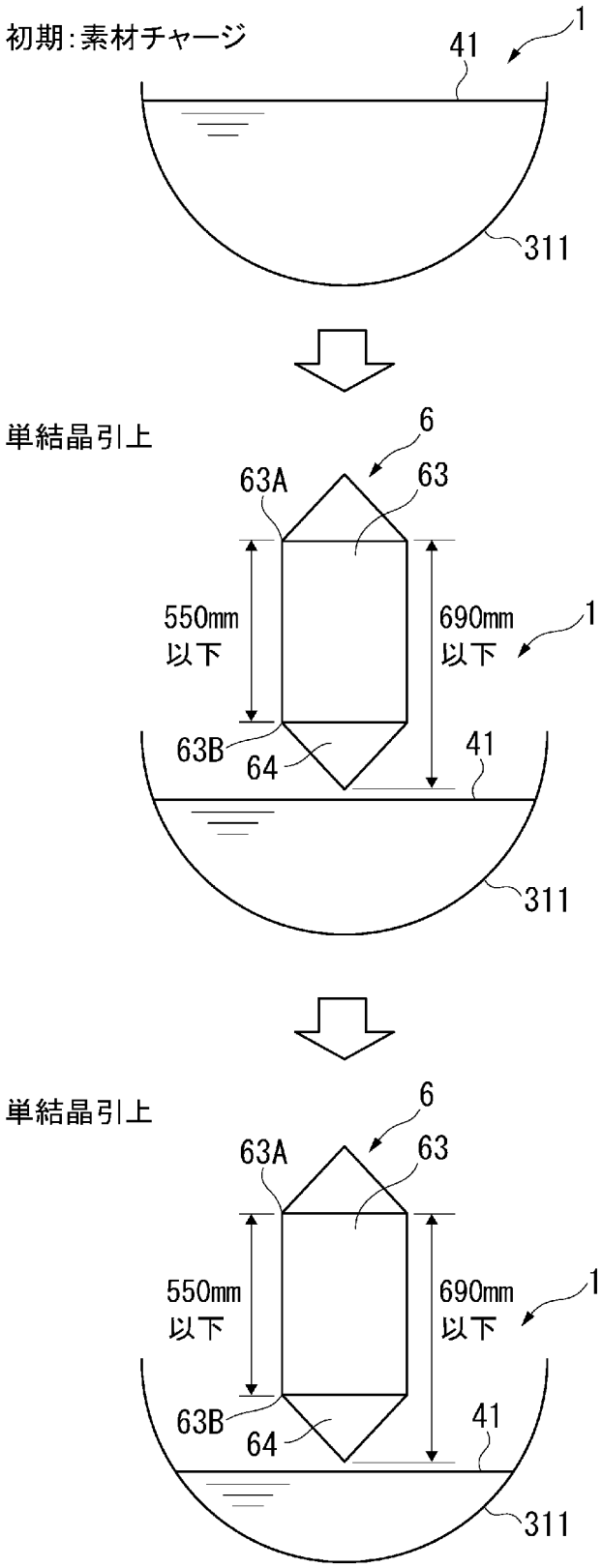
[図20]



[図21]


初期:素材チャージ
1
41
311
6
単結晶引上
63A
63
550mm
以下
690mm
以下
1
63B
64
41
311
素材を投入
411
1
41
311

[図22]


初期:素材チャージ
1
41
311
単結晶引上
6
63A
63
550mm
以下
690mm
以下
1
63B
64
41
311
単結晶引上
6
63A
63
550mm
以下
690mm
以下
1
63B
64
41
311

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/060967

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C30B15/22(2006.01)i, *C30B15/04*(2006.01)i, *C30B29/06*(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)
C30B15/22, C30B15/04, C30B29/06

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	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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	WO 2014/175120 A1 (Sumco Techxiv Corp.), 30 October 2014 (30.10.2014), paragraphs [0001], [0042], [0047]; claims; fig. 18, 19 (Family: none)	1-7,9-12 8
Y	JP 2011-219300 A (Covalent Materials Corp.), 04 November 2011 (04.11.2011), paragraph [0035] (Family: none)	8
A	WO 2010/021272 A1 (Sumco Techxiv Corp.), 25 February 2010 (25.02.2010), claims & US 2011/0140241 A1	1-12

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"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)
"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
"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
"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
"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
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
12 June 2015 (12.06.15)	23 June 2015 (23.06.15)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１５／０６０９６７

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C30B15/22(2006.01)i, C30B15/04(2006.01)i, C30B29/06(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.　C30B15/22, C30B15/04, C30B29/06

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	１９７１－２０１５年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１５年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１５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	WO 2014/175120 A1（ＳＵＭＣＯ　ＴＥＣＨＸＩＶ株式会社） 2014.10.30, 段落[0001], [0042], [0047], 請求の範囲, 図 18, 図 19 （ファミリーなし）	1-7, 9-12 8
Y	JP 2011-219300 A（コバレントマテリアル株式会社）2011.11.04, 段落[0035]（ファミリーなし）	8
A	WO 2010/021272 A1（ＳＵＭＣＯ　ＴＥＣＨＸＩＶ株式会社） 2010.02.25, 請求の範囲 & US 2011/0140241 A1	1-12

☐　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	国際調査報告の発送日
１２．０６．２０１５	２３．０６．２０１５

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
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）　４Ｇ　９７３０
田中　則充
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４１６