

(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)



(10) 国際公開番号

WO 2016/103987 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 15/04 (2006.01) C30B 29/06 (2006.01)
C30B 15/20 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/082319
- (22) 国際出願日: 2015年11月17日(17.11.2015)
- (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 2014-261122 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). 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). 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).

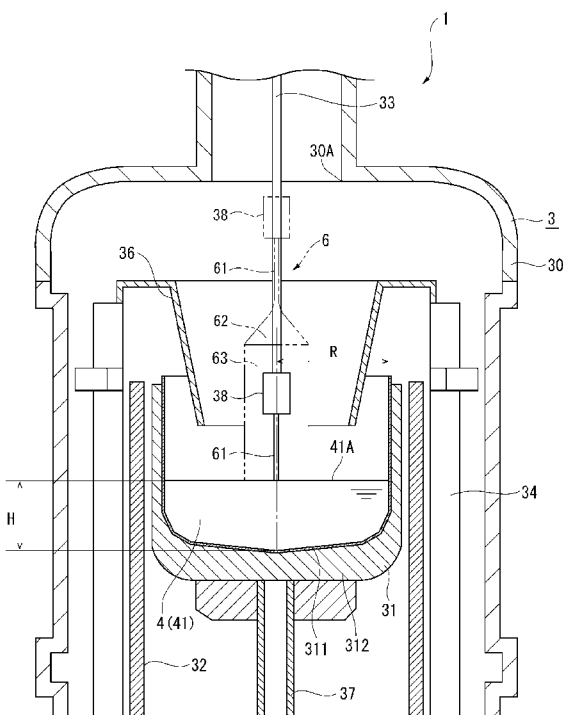
(74) 代理人: 特許業務法人樹之下知的財産事務所 (KINOSHITA & ASSOCIATES); 〒1670051 東京都杉並区荻窪五丁目2番13号 荻窪TMビル3階 Tokyo (JP).

(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.

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: 単結晶の製造方法



(57) Abstract: In the present invention, a method for producing a single crystal (6) comprises a shoulder part formation step for forming a shoulder part (62) of the single crystal (6), and a straight body part formation step for forming the straight body part (63) of the single crystal (6). According to the shoulder part formation step, formation of the shoulder part (62) starts in a state where the correlation of $0.4 < H/R < 0.78$ is satisfied, assuming that H (mm) is the distance from the lowest part inside of a crucible (31) to a surface (41A) of a melt (41) to which a dopant is added and R (mm) is the radius of the surface (41A) of the melt (41) to which a dopant is added.

(57) 要約: 単結晶(6)の製造方法であって、単結晶(6)の肩部(62)を形成する肩部形成工程と、単結晶(6)の直胴部(63)を形成する直胴部形成工程とを備え、肩部形成工程は、坩堝(31)内部の最下部からドーパント添加融液(41)の表面(41A)までの距離をH(mm)、ドーパント添加融液(41)の表面(41A)の半径をR(mm)とし、 $0.4 < H/R < 0.78$ の関係を満たす状態で、肩部(62)の形成を開始する。

WO 2016/103987 A1



(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).

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

技術分野

[0001] 本発明は、単結晶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）、熔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）をドーピングする技術が知られている（例えば、特許文献1参照）。

この特許文献1には、結晶円錐部、すなわち肩部が $40^{\circ} \sim 60^{\circ}$ の開き角を有するように単結晶を製造することで、有転位化の発生を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

[0003] 特許文献1：特許第3555081号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] しかしながら、特許文献1に記載の方法のように単に肩部の開き角を調節するだけでは、有転位化の発生を抑制できない場合があり得る。

本発明の目的は、抵抗率が低くかつ有転位化の発生が抑制された単結晶の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、以下の知見を得た。

チョクラルスキー法による単結晶の製造において、坩堝に収容されたドー

パント添加融液の中では、坩堝最下部に位置する部分と、融液表面との温度差によって、対流が発生していると考えられる。この対流によって、ドーパント添加融液の下側の熱が、上側に運ばれ、融液表面からの熱放出で温度が下げられた後、下側に戻るため、液温に変動が生じていると考えられる。この液温の変動によって、単結晶に異常成長の発生が増加し、有転位化が発生すると推測した。

また、坩堝内部の最下部から融液表面までの距離が長いほど、ドーパント添加融液の上下での温度差が大きくなるため、対流が強くなると考えられる。

そこで、坩堝にチャージするドーパント添加融液の量を最適化することで、対流に起因する液温の変動が抑制され、有転位化の発生を抑制できる可能性があると推測し、以下の実験を行った。

[0006] <実験 1：ドーパント添加融液量と有転位化の発生状況との相関調査>

まず、円筒部の外径が 22 インチ (558.8 mm (1 インチ = 25.4 mm))、かつ、内径が 21.10 インチ (536.0 mm) の坩堝を有する単結晶引き上げ装置を準備した。

そして、種子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、肩部を形成する肩部形成工程と、直胴部を形成する直胴部形成工程と、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うことで、単結晶を製造する実験を行った。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 4 に符号 63A で示す部分である。

なお、単結晶の直胴部上端の抵抗率が $1.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように、ドーパントとしての赤リンをシリコン融液に添加して、ドーパント添加融液のドーパント濃度を調整した。

また、製造条件は、直胴部の長さが 860 mm の直径 200 mm 単結晶を製造するための条件とした。

また、製造中の単結晶を観察して、有転位化を確認した時点で製造を中止

し、それ以降の工程を行わなかった。さらに、異常成長の有無についても確認した。

実験結果に基づく、シリコン融液量と、ドーパント量と、 H/R と、有転位化の発生位置と、異常成長の有無との関係を図1に示す。

なお、 H は、坩堝内部の最下部から融液表面までの距離であり、 R は、融液表面の半径である。本実験1では、全ての実験条件（トライ1～7）において、融液表面が坩堝円筒部（内径が略均一の部分）に位置し、 R は坩堝の内径の半分の10.72インチであった。

[0007] 図1に示すように、有転位化については、トライ1～2では肩部に発生し、トライ3～5では直胴部に発生し、トライ6～7では発生しなかった。また、異常成長については、トライ1～5では発生し、トライ6～7では発生しなかった。

ここで、トライ2～6では、直前のトライ（トライ1～5）の結晶を、単結晶引き上げ装置から取り出してから、単結晶を製造した。また、トライ2, 4, 5, 6を行う前に、ドーパント濃度を調整するために、ドーパントを添加した。

なお、トライ7は、有転位化および異常成長が発生しなかったトライ6の再現性確認テストである。

[0008] 図1に示す結果から、 H/R の値が小さくなるほど、すなわち坩堝にチャージされたドーパント添加融液の量が少なくなるほど、有転位化が発生する位置がテール部側に移動し、 H/R の値が0.78未満の場合、有転位化および異常成長が発生しないことが分かった。

なお、単結晶が軸方向に成長する過程で、坩堝内シリコン融液が減少することにより H/R の値は連続して小さくなる。従い、図1には、 H/R の値が0.77よりも小さい場合の記載はないが、トライ6およびトライ7の結果は、0.77よりも H/R の値が小さくても有転位化および異常成長が発生しないことを示しており、今回のトライ6およびトライ7のシリコン融液の残液量から、少なくとも H/R の値が0.1まで有転位化および異常成長

が発生しないことが判明した。実際、 H/R の値が0.6、0.4のトライも実験1の後に行ったが、有転位化および異常成長が発生することはなかった。

[0009] <実験2：ドーパント添加融液量とドーパントの蒸発に伴う単結晶の抵抗率変化との相関調査>

単結晶の抵抗率を低くするためのドーパントである、砒素やアンチモンあるいは赤リンは、蒸発しやすいことが分かっている。ドーパント添加融液のドーパント濃度が等しく、かつ、融液の表面積が等しければ、坩堝にチャージされた量が異なっても、単位時間あたりのドーパントの蒸発量は等しくなると考えられる。このため、ドーパント濃度が等しければ、坩堝にチャージされたドーパント添加融液の量が少ないほど、単位時間あたりのドーパントの蒸発に伴うドーパント濃度の低下が大きいと推測できる。

そこで、実験2として、以下のシミュレーションを行った。

[0010] 実験1の坩堝と同じ形状の坩堝に、 H/R が、それぞれ0.4、0.51、0.78、1.01となるように、実験1のドーパント濃度と同じ濃度のドーパント添加融液をチャージし、ドーパントとしての赤リンを添加してからの各経過時間において、ドーパントおよびシリコン融液を追加することなく、単結晶製造を開始したと仮定したときの直胴部上端の抵抗率をシミュレートした。なお、ドーパント添加直後に単結晶製造を開始したときの肩部上端の抵抗率を、 $0.9\text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ に設定した。これは、単結晶の抵抗率は肩部側よりテール部側の方が低くなるため、肩部上端の抵抗率を $0.9\text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ に設定しておけば、直胴部全体の抵抗率を $0.9\text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることができるためである。

シミュレーション結果を図2に示す。

[0011] 図2に示すように、ドーパントが蒸発するため、時間の経過に伴い抵抗率が上昇することが確認できた。また、 H/R が小さいほど、抵抗率が上昇しやすいことがわかった。これは、ドーパント添加融液の量が少ないほど、ドーパント濃度の低下が大きいという、上記の推測と合致する。

ここで、製造効率の観点から、ドーパントやシリコン融液を追加せずに、複数の単結晶を１本ずつ連続して引き上げるいわゆる抜き取り引き上げ法を考慮に入れると、時間経過に伴う抵抗率の変化が小さいことが好ましい。また、ドーパント添加後に単結晶の製造をすぐに開始できない場合があることや、１本の単結晶の引き上げに約１０時間かかること、あるいは、シリコンウェーハに要求される性能を考慮に入れると、経過時間が１０時間のときに製造を開始した単結晶の直胴部の抵抗率が $1.0\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ を大きく超えないことが好ましい。

このことから、少なくとも H/R が 0.4 を超える場合、ドーパント添加から１０時間経過後に単結晶製造を開始しても、直胴部全体の抵抗率を $1.0\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ を大きく超えない抵抗率にできる。

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。

[0012] すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、チョクラルスキー法による単結晶の製造であって、チャンバと、このチャンバ内に配置されシリコン融液にドーパント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、前記単結晶の肩部を形成する肩部形成工程と、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程とを備え、前記肩部形成工程は、前記坩堝の内部の最下部から前記ドーパント添加融液の表面までの距離を H （mm）、前記ドーパント添加融液の表面の半径を R （mm）とし、以下の式（１）を満たす状態で、前記肩部の形成を開始することを特徴とする。

$$0.4 < H/R < 0.78 \quad \dots \quad (1)$$

[0013] 本発明によれば、上記式（１）を満たすように単結晶を製造することで、抵抗率が低くかつ有転位化の発生が抑制された単結晶を製造することができる。

[0014] 本発明の単結晶の製造方法において、前記ドーパントは、赤リンであり、前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $1.0\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$

m以下となるように前記赤リンが添加されていることが好ましい。

本発明の単結晶の製造方法において、前記ドーパントは、砒素であり、前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $2.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記砒素が添加されていることが好ましい。

本発明の単結晶の製造方法において、前記ドーパントは、アンチモンであり、前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $15 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記アンチモンが添加されていることが好ましい。

以上の本発明によれば、所望の低抵抗率のシリコンウェーハを得ることができかつ有転位化の発生が抑制された単結晶を製造することができる。

[0015] 本発明の単結晶の製造方法において、前記ドーパントは、赤リンとゲルマニウムであり、前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $1.2 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記赤リンと前記ゲルマニウムとが添加されていることが好ましい。

本発明によれば、単結晶を用いて製造されたエピタキシャルシリコンウェーハのミスフィット転移を抑制することができる。

[0016] 本発明の単結晶の製造方法において、1本の前記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本の前記単結晶を製造する毎に前記坩堝にシリコン原料および前記ドーパントを追加して、次の前記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ドーパントの濃度を一定にすることができ、ドーパント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。

[0017] 本発明の単結晶の製造方法において、複数本の前記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原料および前記ドーパント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、ドーパント添加融液を固化する(冷却する)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。

。

図面の簡単な説明

[0018] [図1]本発明における単結晶の製造方法を導くための実験1の結果であり、ドーパント添加融液量と有転位化の発生状況との相関を示す図。

[図2]前記製造方法を導くための実験2の結果であり、ドーパント添加融液量とドーパントの蒸発に伴う単結晶の抵抗率変化との相関を示すグラフ。

[図3]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4]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5]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

[0019] 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3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とを備える。

[0020] 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。

[0021] 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 3 1 1 と、この石英坩堝 3 1 1 の外側に配置され、石英坩堝 3 1 1 を収納する黒鉛製の黒鉛坩堝 3 1 2 とを備えている。坩堝 3 1 は、所定の速度で回転する支持軸 3 7 に支持されている。なお、本実施形態の坩堝 3 1 は、円筒部の外径が 22 インチ、かつ、内径が 21.44 インチである。

加熱部 3 2 は、坩堝 3 1 の外側に配置されており、坩堝 3 1 を加熱して、坩堝 3 1 内のシリコンを融解する。

引き上げケーブル 3 3 は、例えば坩堝 3 1 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 3 3 は、他端に、種子結晶を保持するシードホルダ 3 8、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 3 3 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 3 3 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 3 4 は、坩堝 3 1 および加熱部 3 2 の周囲を取り囲むように配置されている。

シールド 3 6 は、加熱部 3 2 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。

[0022] ドーピング装置は、固体状態のドーパントとしての赤リンを揮発させて、坩堝 3 1 内のシリコン融液 4 にドーピングさせて、すなわち添加してドーパント添加融液 4 1 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 3 0 内のガス流量、炉内圧力、引き上げケーブル 3 3 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。

[0023] [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、直胴部の長さが860mmの直径200mmの単結晶を製造する方法について説明する。

まず、図4を参照して、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。なお、図3の石英坩堝311の図示を簡略にしている。

ここで、図3および図4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、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、 $0.6\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $1.0\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下となるような量である。また、エピタキシャルシリコンウェーハのミスフィット転移を抑制するために、赤リンとともにゲルマニウムを添加してもよい。ゲルマニウムを添加する場合、赤リンおよびゲルマニウムの添加量は、シリコンウェーハの抵抗率が、 $1.2\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下となるような量であってもよい。

[0024] 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。

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、寸法が従来のもより短い単結晶6を製造する。

具体的に、図3中実線で示すように、ネック部61の形成後、坩堝31内部の最下部からドーパント添加融液41の表面41Aまでの距離をH（mm

）、ドーパント添加融液 4 1 の表面 4 1 A の半径を R (mm) とし、上記式 (1) を満たす状態で、図 3 中二点鎖線で示すような肩部 6 2 の形成を開始する。肩部 6 2 の形成後、図 3 中二点鎖線および図 4 に示すように、直胴部 6 3、テール部 6 4 を形成する。

なお、引き上げ時間以外の条件、例えば加熱部 3 2 による加熱条件は、従来と同じであってもよい。また、22 インチの坩堝 3 1 を用いる本実施形態では、肩部 6 2 の形成開始時には、37 kg ($H/R = 0.4$) を超え、かつ、95 kg ($H/R = 0.78$) 未満のドーパント添加融液 4 1 が坩堝 3 1 に収容されている。

以上の工程により、抵抗率が $0.6 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $1.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下と低く、かつ、有転位化の発生が抑制された単結晶 6 を製造することができる。

[0025] 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 4 に示すように、80 kg のドーパント添加融液 4 1 を生成するための素材 4 1 1 (シリコン、赤リン (、ゲルマニウム)) を石英坩堝 3 1 1 に投入し、肩部 6 2 の形成開始時に上記式 (1) を満たす状態にして、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 13.3 kPa (100 torr) 以上、 60 kPa (450 torr) 以下に調整することが好ましい。炉内圧力が 13.3 kPa 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 60 kPa を超える場合、蒸発物がチャンバ 3 0 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、 $0.6 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $1.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となる。

[0026] [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。

[0027] 例えば、図4に示すようなマルチ引き上げ法ではなく、図5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13.3 kPa以上、60 kPa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、マルチ引き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、上記抜き取り引き上げ法が適用できる。

例えば、初期段階として、肩部62の形成開始時に、 $H/R = 0.68$ となるようにドーパント添加融液41をチャージして、直胴部の長さが400 mm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、抵抗率が $0.6 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $1.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下と低く、かつ、有転位化の発生が抑制された直径200 mmの単結晶を製造することができる。

[0028] また、シリコン融液4に添加するドーパントとして、直胴部63の上端63Aの抵抗率が $2.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるような量の砒素を適用してもよいし、直胴部63の上端63Aの抵抗率が $1.5 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるような量のアンチモンを適用してもよい。

単結晶の直径は、200 mmを超えてもよいし、200 mm未満であってもよい。

[0029] 32インチ、18インチ、16インチの坩堝31を用いる場合、上記式(1)を満たすために、肩部62の形成開始時に、以下の量のドーパント添加

融液 4 1 が坩堝 3 1 に収容されていてもよい。

3 2 インチの坩堝 3 1 を用いる場合

1 1 8 k g ($H/R=0.4$) を超え、かつ、

3 0 0 k g ($H/R=0.78$) 未満の量

1 8 インチの坩堝 3 1 を用いる場合

1 9 k g ($H/R=0.4$) を超え、かつ、

5 2 k g ($H/R=0.78$) 未満の量 1 6 インチの坩堝 3 1 を用

いる場合

1 4 k g ($H/R=0.4$) を超え、かつ、

3 6 k g ($H/R=0.78$) 未満の量

符号の説明

- [0030] 1…単結晶引き上げ装置
 6…単結晶
 3 0…チャンバ
 3 1…坩堝
 3 3…引き上げ部としての引き上げケーブル
 4 1 A…表面
 4 1…ドーパント添加融液
 6 2…肩部
 6 3…直胴部

請求の範囲

[請求項1]

チョコラルスキー法による単結晶の製造であって、
チャンバと、

このチャンバ内に配置されシリコン融液にドーパント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、

前記単結晶の肩部を形成する肩部形成工程と、

前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程とを備え、

前記肩部形成工程は、前記坩堝の内部の最下部から前記ドーパント添加融液の表面までの距離を H (mm)、前記ドーパント添加融液の表面の半径を R (mm)とし、以下の式(1)を満たす状態で、前記肩部の形成を開始することを特徴とする単結晶の製造方法。

$$0.4 < H/R < 0.78 \quad \dots \quad (1)$$

[請求項2]

請求項1に記載の単結晶の製造方法において、

前記ドーパントは、赤リンであり、

前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $1.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記赤リンが添加されていることを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項3]

請求項1に記載の単結晶の製造方法において、

前記ドーパントは、砒素であり、

前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $2.0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記砒素が添加されていることを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項4]

請求項1に記載の単結晶の製造方法において、

前記ドーパントは、アンチモンであり、

前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が 1.5 m

$\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記アンチモンが添加されていることを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項5]

請求項1に記載の単結晶の製造方法において、

前記ドーパントは、赤リンとゲルマニウムであり、

前記ドーパント添加融液には、前記直胴部の上端の抵抗率が $1.2 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下となるように前記赤リンと前記ゲルマニウムとが添加されていることを特徴とする単結晶の製造方法。

[請求項6]

請求項1から請求項5のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法において、

1本の前記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本の前記単結晶を製造する毎に前記坩堝にシリコン原料および前記ドーパントを追加して、次の前記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7]

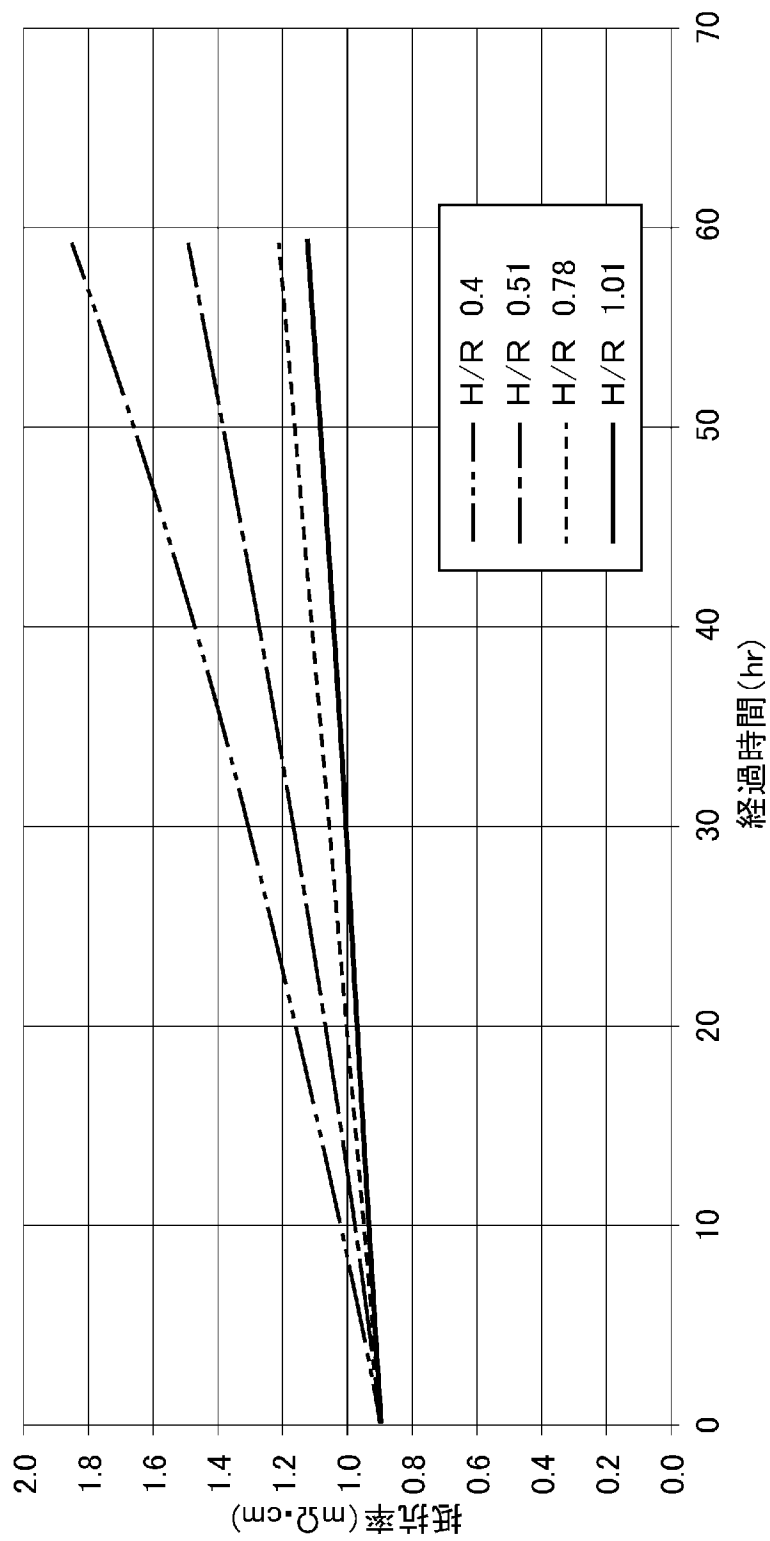
請求項1から請求項5のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法において、

複数本の前記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原料および前記ドーパント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。

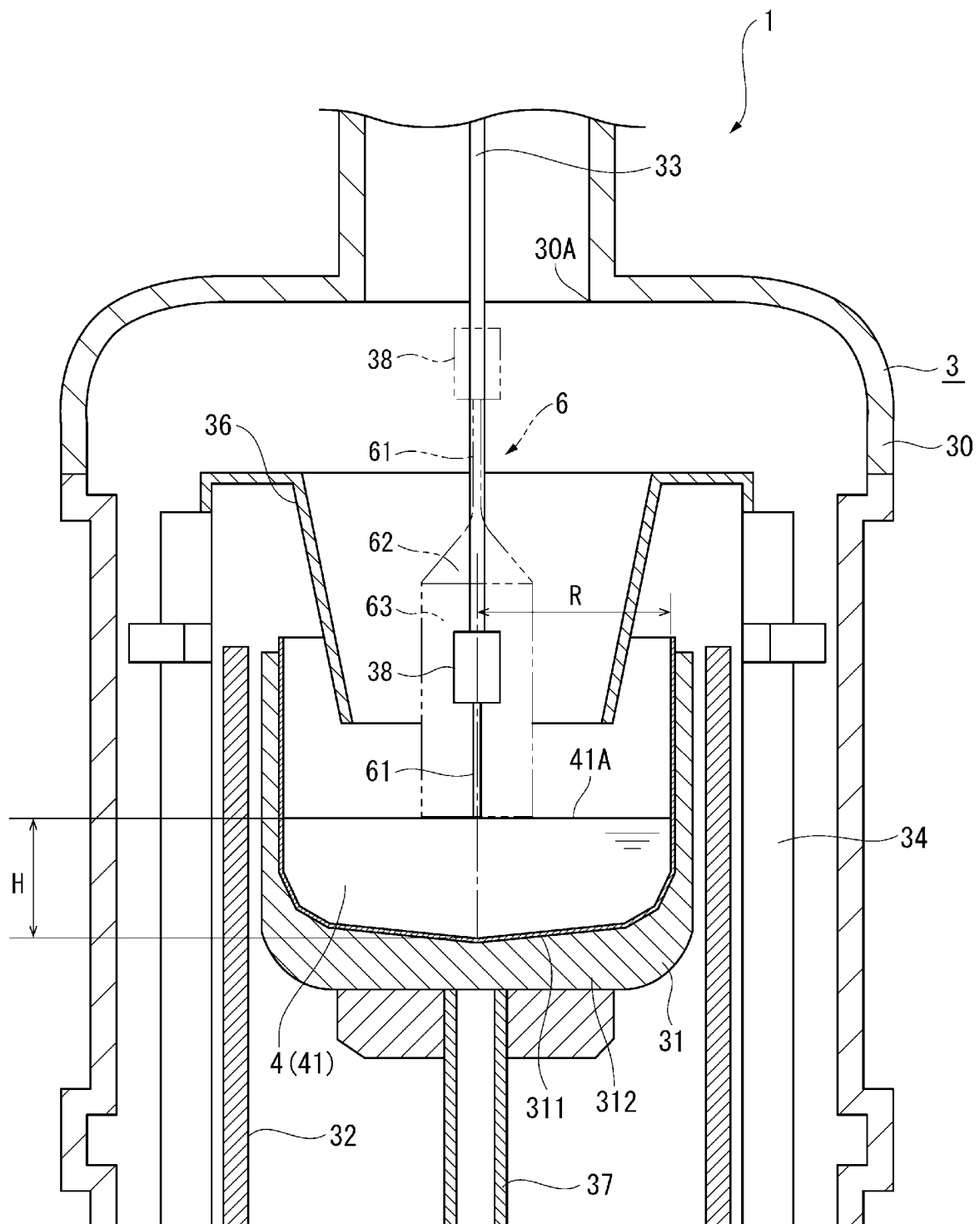
[図1]

トライ	シリコン融液量	ドーパント量	H/R	有転位化位置	異常成長の有無	備考
1	130.0kg	1080g	1.01	肩部:直径40mmの位置	有り	—
2	124.3kg	190g添加	0.97	肩部:直径40mmの位置	有り	トライ1の単結晶を引き上げ装置から取り出しドーパントを添加してから、単結晶を製造した
3	116.4kg	添加無し	0.92	直胴部:上端から60mmの位置	有り	トライ2の単結晶を引き上げ装置から取り出してから、単結晶を製造した
4	100.5kg	160g添加	0.82	直胴部:上端から10mmの位置	有り	トライ3の単結晶を引き上げ装置から取り出しドーパントを添加してから、単結晶を製造した
5	95.0kg	160g添加	0.78	直胴部:上端から80mmの位置	有り	トライ4の単結晶を引き上げ装置から取り出しドーパントを添加してから、単結晶を製造した
6	93.6kg	添加無し	0.77	無し	無し	トライ5の単結晶を引き上げ装置から取り出してから、単結晶を製造した
7	93.6kg	抵抗率が トライ6と同じに なるように調整	0.77	無し	無し	トライ6の再現性確認テスト

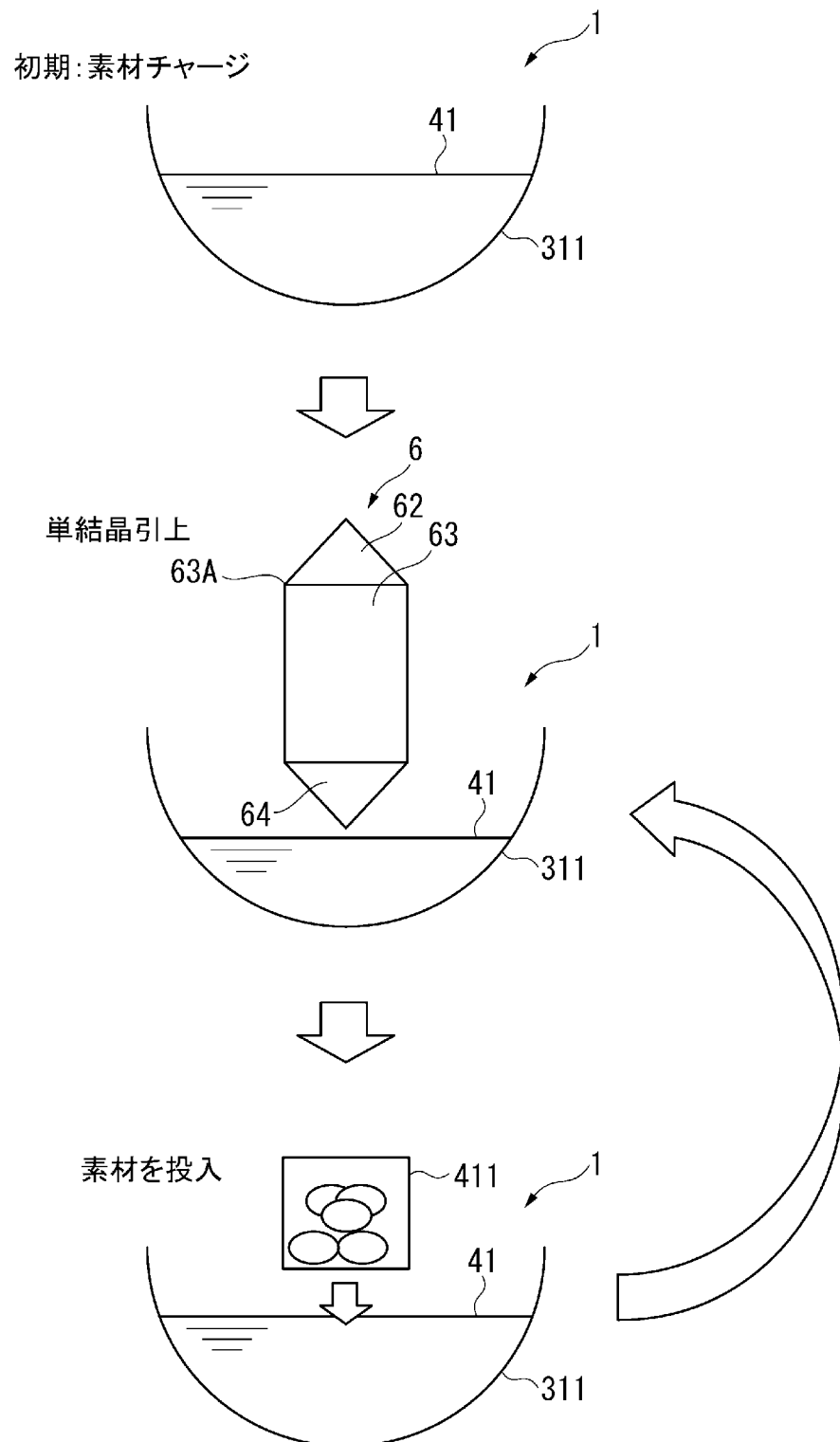
[図2]



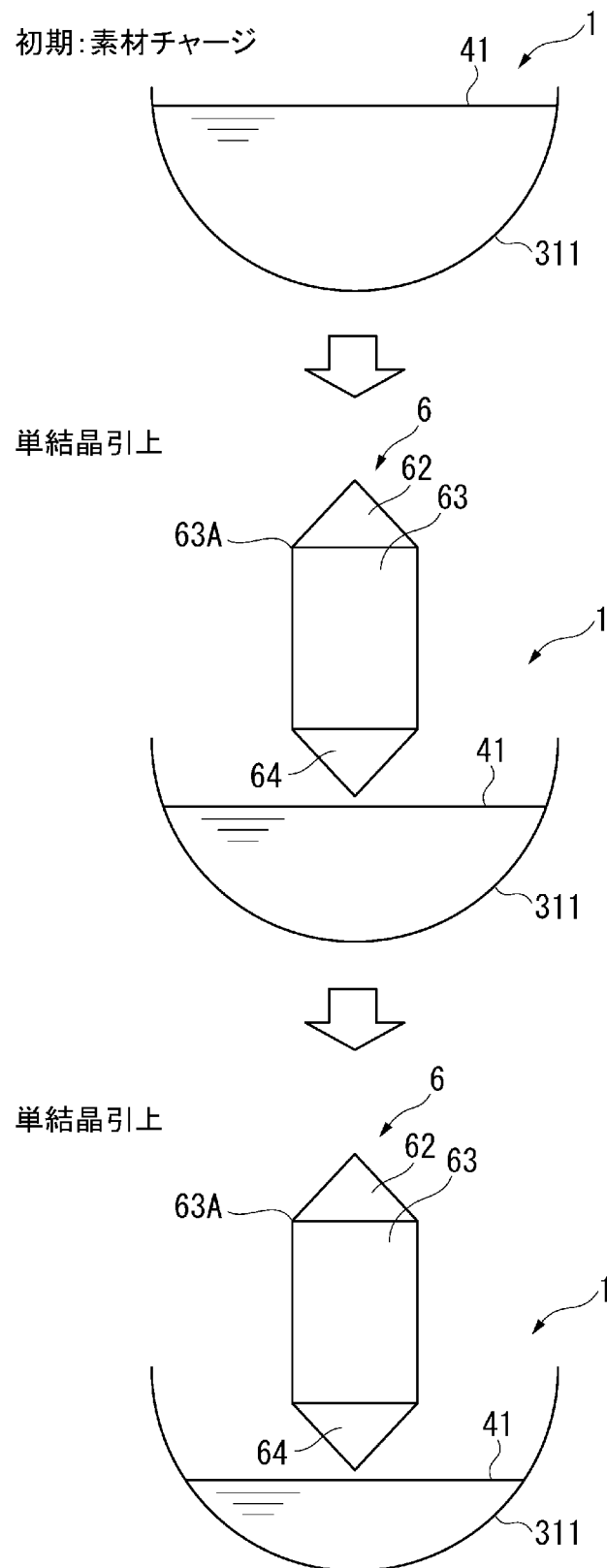
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/082319

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B15/04(2006.01)i, C30B15/20(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)

C30B15/04, C30B15/20, 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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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 A	JP 9-278581 A (Sumitomo Sitix Corp.), 28 October 1997 (28.10.1997), paragraphs [0029] to [0032]; fig. 1 (Family: none)	1 2-6 7
Y	JP 2009-215117 A (Sumco Techxiv Corp.), 24 September 2009 (24.09.2009), paragraph [0007] & US 2011/0017948 A1 paragraph [0009] & WO 2009/113441 A1 & EP 2256235 A1	1-6
Y	WO 2014/175120 A1 (Sumco Techxiv Corp.), 30 October 2014 (30.10.2014), paragraph [0043] & CN 105121713 A	1-6

☒ 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
27 January 2016 (27.01.16)

Date of mailing of the international search report
09 February 2016 (09.02.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/082319

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	WO 2014/039976 A1 (GT ADVANCED CZ, LLC), 13 March 2014 (13.03.2014), page 4, 3rd paragraph & JP 2015-527295 A & US 2015/0233014 A1 & EP 2893057 A & CN 104685113 A & TW 201416502 A & KR 10-2015-0086468 A	6 7
Y A	JP 7-61893 A (NEC Corp.), 07 March 1995 (07.03.1995), paragraph [0017]; table 1; fig. 1 (Family: none)	1-6 7
A	JP 2010-100474 A (Covalent Materials Corp.), 06 May 2010 (06.05.2010), paragraphs [0060], [0061], [0076] & US 2010/0101485 A1 paragraphs [0088], [0089], [0108] & KR 10-2010-0045399 A	1-7
A	JP 2009-57232 A (Covalent Materials Corp.), 19 March 2009 (19.03.2009), claim 3 (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C30B15/04(2006.01)i, C30B15/20(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. C30B15/04, C30B15/20, 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	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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 Y A	JP 9-278581 A（住友シチックス株式会社）1997.10.28, 段落 0029-0032, 図1（ファミリーなし）	1 2-6 7
Y	JP 2009-215117 A（SUMCO TECHXIV株式会社） 2009.09.24, 段落 0007 & US 2011/0017948 A1（par. 0009）& WO 2009/113441 A1 & EP 2256235 A1	1-6

☑ 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

27.01.2016

国際調査報告の発送日

09.02.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）

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）

塩谷 領大

4G

5795

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 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
Y	WO 2014/175120 A1 (SUMCO TECHXIV株式会社) 2014.10.30, 段落 0043 & CN 105121713 A	1-6
Y A	WO 2014/039976 A1 (GT ADVANCED CZ, LLC) 2014.03.13, 第4頁第3 段落 & JP 2015-527295 A & US 2015/0233014 A1 & EP 2893057 A & CN 104685113 A & TW 201416502 A & KR 10-2015-0086468 A	6 7
Y A	JP 7-61893 A (日本電気株式会社) 1995.03.07, 段落 0017, 表 1, 図 1 (ファミリーなし)	1-6 7
A	JP 2010-100474 A (コバレントマテリアル株式会社) 2010.05.06, 段 落 0060, 0061, 0076 & US 2010/0101485 A1 (pars. 0088, 0089, 0108) & KR 10-2010-0045399 A	1-7
A	JP 2009-57232 A (コバレントマテリアル株式会社) 2009.03.19, 請 求項 3 (ファミリーなし)	1-7