

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4151474号
(P4151474)

(45) 発行日 平成20年9月17日(2008.9.17)

(24) 登録日 平成20年7月11日(2008.7.11)

(51) Int.Cl.

F 1

C30B 29/06 (2006.01)
C30B 15/20 (2006.01)C30B 29/06 502 J
C30B 15/20

請求項の数 5 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2003-135085 (P2003-135085)
 (22) 出願日 平成15年5月13日 (2003.5.13)
 (65) 公開番号 特開2004-338979 (P2004-338979A)
 (43) 公開日 平成16年12月2日 (2004.12.2)
 審査請求日 平成17年1月17日 (2005.1.17)

(73) 特許権者 000190149
 信越半導体株式会社
 東京都千代田区大手町二丁目6番2号
 (74) 代理人 100102532
 弁理士 好宮 幹夫
 (72) 発明者 飯田 誠
 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越
 半導体株式会社 半導体磯部研究所内

審査官 横山 敏志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶の製造方法及び単結晶

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チヨクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を V (mm/min)、固液界面の温度勾配を G (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を T_{max} ()とした時、少なくとも T_{max} ()に応じて所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 (mm²/K·min) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G (mm²/K·min) の値を、-0.000724 × T_{max} + 1.31 以上 -0.000724 × T_{max} + 1.38 未満の範囲、-0.000724 × T_{max} + 1.31 以上 -0.000724 × T_{max} + 1.35 以下の範囲のいずれかの範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項 2】

前記 T_{max} () を、1560 以下の範囲として単結晶を引上げることを特徴とする請求項 1 に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 3】

前記 T_{max} () を、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより変更することを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の単結晶の製造方法。

【請求項 4】

前記単結晶をシリコンとすることを特徴とする請求項1乃至請求項3のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

【請求項5】

前記単結晶の直径を200mm以上とすることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキ法による単結晶の製造方法に関し、特に、所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域の単結晶を製造する方法に関する。

10

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキ法(Czochralski Method、以下CZ法と略称する)により製造されている。

20

【0003】

CZ法により単結晶を製造する際には、例えば図2に示すような単結晶製造装置1を用いて製造される。この単結晶製造装置1は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー2内に収容されている。メインチャンバー2の天井部からは上に伸びる引上げチャンバー3が連接されており、この上部に単結晶4をワイヤー5で引上げる機構(不図示)が設けられている。

【0004】

メインチャンバー2内には、溶融された原料融液6を収容する石英ルツボ7とその石英ルツボ7を支持する黒鉛ルツボ8が設けられ、これらのルツボ7、8は駆動機構(不図示)によって回転昇降自在にシャフト9で支持されている。このルツボ7、8の駆動機構は、単結晶4の引上げに伴う原料融液6の液面低下を補償すべく、ルツボ7、8を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

【0005】

そして、ルツボ7、8を囲繞するように、原料を溶融させるための黒鉛ヒーター10が配置されている。この黒鉛ヒーター10の外側には、黒鉛ヒーター10からの熱がメインチャンバー2に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材11がその周囲を取り囲むように設けられている。

30

【0006】

また、引上げた単結晶を冷却する冷却筒12とその下部に黒鉛筒13が設けられ、これに上部より冷却ガスを下流して引上げた単結晶を冷却できるようにしている。さらに、黒鉛筒13の外側下端に原料融液6と対向するように断熱材14を設けて原料融液6の表面からの輻射をカットするとともに原料融液6の表面を保温するようにしている。

【0007】

以上のような単結晶製造装置1内に配置された石英ルツボ7に原料多結晶を収容し、黒鉛ヒーター10により加熱し、石英ルツボ7内の多結晶原料を溶融させる。このように多結晶原料を溶融させたものである原料融液6に、ワイヤー5の下端に接続している種ホルダ-15で固定された種結晶16を着液させ、その後、種結晶16を回転させながら引上げることにより、種結晶16の下方に所望の直径と品質を有する単結晶4を育成する。この際、種結晶16を原料融液6に着液させた後に、直径を3mm程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り(ネッキング)を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引上げている。

40

【0008】

このようなCZ法によって製造されるシリコン単結晶は、主として半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。

50

素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入されるGrown-in結晶欠陥の問題がより重要となっている。

【0009】

ここで、Grown-in結晶欠陥について説明する（図5参照）。

シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD（Flow Pattern Defect）やCOP（Crystal Originated Particle）等のGrown-in欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV（Vacancy）領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴いOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）領域が結晶の周辺からリング状に発生し、さらに成長速度を低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に収縮して消滅する。一方、さらに成長速度を低速にすると格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLSEPD（Large Segmentation Etch Pit Defect）、LFPD（Large Flow Pattern Defect）等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域はI（Interstitial）領域と呼ばれている。
10

【0010】

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD、COP等も、格子間シリコン起因のLSEPD、LFPD等も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN（ニュートラル、Neutral）領域と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するNV領域（空孔の多い領域）とI領域に隣接するNi領域（格子間シリコンが多い領域）とがあり、NV領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、Ni領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。さらに、熱酸化処理後、酸素析出が発生し易いNV領域の一部に、Cuデポジション処理で検出される欠陥が著しく発生する領域（以下、Cuデポ欠陥領域とする。）があることが見出されており、これは酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因になることがわかっている。
20

【0011】

これらのGrown-in欠陥は、引上げ速度（V）と固液界面の温度勾配（G）の比であるV/G値というパラメーターにより、その導入量が決定されると考えられている（例えば、非特許文献1参照。）。すなわち、V/G値が一定になるように、引上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引上げることができる。
30

【0012】

例えば、シリコン単結晶を引上げる際に、V/G値を制御して、無欠陥単結晶を引上げること（例えば、特許文献1参照。）、面内にOSFリングまたはOSFリング中の核を有し、且つゲッタリング能力を有する単結晶を引上げること（例えば、特許文献2参照。）等が開示されている。また、V/G値を制御し、さらに窒素を添加してI領域のシリコン単結晶を育成すること（例えば、特許文献3参照。）や同じく窒素を添加して単結晶中の欠陥のサイズと密度と分布が均一な単結晶を育成すること（例えば、特許文献4参照。）が開示されている。そして、このように製造された単結晶から、例えば、全面よりV領域やI領域を排除したN領域のウェーハ、OSFを外周に配置したウェーハ、あるいはCuデポ欠陥領域がないN領域のウェーハ等を製造することができる。
40

【0013】

しかし、例えば全面がN領域の単結晶を引上げる場合には、実際に欠陥分布を調査して該領域を有するV/G値を求め、その求めたV/G値で単結晶を引上げるのだが、予想したV/G値と、実際に全面N領域の単結晶を得ることができるV/G値とが異なる事例が、数多く存在した。特に、引上げ速度Vを速めて所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域の単結晶の生産性を上げるために、固液界面の温度勾配Gが大きくなるように炉内構造（ホットゾーン：HZ）を設定したにもかかわらず、実際には引上げ速度Vを予想の速度Vよ
50

り低速にしなければ、所望品質の単結晶を引上げることができない場合も見受けられた。このように、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値の正確な値が明らかでなく、効率良く高品質の単結晶を得ることが困難であるという問題があった。

【0014】

【特許文献1】

特開平11-147786号公報

【特許文献2】

特開2000-44388号公報

【特許文献3】

特開平11-349394号公報

10

【特許文献4】

特開2002-57160号公報

【非特許文献1】

V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59 (1982), 625~643

【0015】

【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、V/G値を制御して単結晶を引上げる際に、より正確に所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値を決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を引上げができる単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

20

【0016】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度をV(mm/min)、固液界面の温度勾配をG(K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度をT_{max}()とした時、少なくともT_{max}()に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値(mm²/K·min)の範囲を決定し、その決定した範囲にV/G(mm²/K·min)の値を制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法を提供する。

30

【0017】

このように、少なくともT_{max}()に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値(mm²/K·min)の値を修正してその範囲を決定し、その決定した範囲にV/G(mm²/K·min)の値を制御して単結晶を引上げることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値(mm²/K·min)をより正確に決定することができるため、所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶をより確実に引上げができる。また、様々な単結晶装置に応じた所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値を正確に予想できる他、単結晶製造装置を設計する際にも有用である。そして、これによって、所望品質を有する単結晶を効率良く製造することができる。

40

尚、ここで、固液界面の温度勾配G(K/mm)とは、原料の融点(シリコンの場合1412)～1400の範囲での温度勾配のことを言う。また、V/G値(mm²/K·min)の制御とは、結晶の径方向ほぼ全域(外周辺0～2cmは外方拡散領域なので除く)に渡るV/G値の制御のことを言う。

【0018】

この場合、前記V/G値(mm²/K·min)を、-0.000724×T_{max}+1.31以上-0.000724×T_{max}+1.38未満の範囲に制御して単結晶を引上げることができる。

【0019】

このように、V/G値(mm²/K·min)を、-0.000724×T_{max}+1.

50

31以上 - 0.000724 × T_{max} + 1.38未満の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域及び/又はOSF領域を有する単結晶を製造することができる。より好ましくは、V/G値 (mm² / K · min) を、- 0.000724 × T_{max} + 1.31以上 - 0.000724 × T_{max} + 1.37以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0020】

この場合、前記V/G値 (mm² / K · min) を、- 0.000724 × T_{max} + 1.38以上の範囲に制御して単結晶を引上げることができる。

【0021】

このように、前記V/G値 (mm² / K · min) を、- 0.000724 × T_{max} + 1.38以上の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にOSFリングを外方に排除した単結晶を製造することができる。 10

【0022】

この場合、前記V/G値 (mm² / K · min) を、- 0.000724 × T_{max} + 1.31以上 - 0.000724 × T_{max} + 1.35以下の範囲に制御して単結晶を引上げることができる。

【0023】

このように、V/G値 (mm² / K · min) を、- 0.000724 × T_{max} + 1.31以上 - 0.000724 × T_{max} + 1.35以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にCuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造することができる。 20

【0024】

この場合、前記T_{max}()を、1560以下の範囲として単結晶を引上げるのが好ましい。

【0025】

このように、T_{max}()を、1560以下の範囲とすることで、V/G値を十分に大きいものとすることができます。従って、所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有する単結晶を引上げる際の引上げ速度V (mm / min) を十分に速めることができ、単結晶の生産性を十分に高めることができます。 30

【0026】

この場合、前記T_{max}()を、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより変更することができる。

【0027】

このように、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより、T_{max}()を、所望温度に変更することができる。

【0028】

この場合、前記単結晶をシリコンとすることができます。

【0029】

本発明の単結晶の製造方法は、近年、単結晶製造装置が多様化し、所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有するV/G値を正確に決定することが困難となっている上に、品質に対する要求が厳しいものとなっているシリコン単結晶を製造するのに、特に適している。

【0030】

この場合、前記単結晶の直径を200mm以上とすることができます。

【0031】

本発明の単結晶の製造方法は、近年、需要が高まり、品質に対する要求も厳しくなっている直径200mm以上の単結晶を製造するのに、特に有効である。

【0032】

そして、このような本発明の単結晶の製造方法で製造された単結晶は、高品質なものである。

【0033】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者らは、実験やシミュレーションなどを駆使して鋭意調査を進めた結果、予想した V/G 値と実際の V/G 値が食い違う事例、例えば、同じ欠陥分布の単結晶であるが、所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域の単結晶を引上げるために予想した引上げ速度 V と実際の引上げ速度 V が異なる事例は、様々な形態の炉内構造（ホットゾーン：HZ）で所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域の単結晶を引上げる場合に、各々のHZに応じてその領域を有する V/G 値が異なることが原因であることを見出した。そこで、本発明者らは、様々なHZで共通して用いることのできるパラメーターを見出すことができれば、そのパラメーターを用いることで、各々のHZに応じてより適切な V/G 値を決定することができる想到し、本発明を完成させた。

【0034】

すなわち、本発明は、チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を V (mm/min)、固液界面（原料の融点 ~ 1400 ）の温度勾配を G (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を T_{max} () とした時、少なくとも T_{max} () に応じて所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($mm^2/K \cdot min$) の値を結晶の径方向ほぼ全域（外周辺 0 ~ 2 cm は除く）に渡り制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法を提供する。

【0035】

このように、本発明では、様々なHZで共通して用いることのできるパラメーターとして V/G 値の他にルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} () を用いる。この T_{max} () は、例えば、ルツボの底から外周に向って 2 cm 刻みで熱電対を配置して温度を測定することで得ることができるし、また、シミュレーションにより計算して求めることもできる。

【0036】

ここで、図4は、Nv領域とNi領域の境界の V/G 値と T_{max} () の関係を示すグラフである。図4から明らかなように、 V/G 値と T_{max} () はきれいな相関があり、所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域を有する V/G 値を決定する際の、極めて有用なパラメーターであることが判る。すなわち、制御すべき V/G 値を決定するには、 T_{max} () による補正が必要である。

【0037】

したがって、少なくとも T_{max} () に応じて所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($mm^2/K \cdot min$) の値を制御して単結晶を引上げることで、所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域の単結晶を確実に引上げることができる。また、所望欠陥領域及び / 又は所望無欠陥領域を有する V/G 値 ($mm^2/K \cdot min$) を、様々なHZのそれぞれに応じてより正確に決定することができるため、どのようなHZを有する装置を用いても、効率良く所望品質の結晶を得ることができるし、単結晶製造装置を設計する際にも有用である。

【0038】

そこで、所望欠陥領域及び / 又は無欠陥領域の単結晶となる V/G 値と T_{max} の範囲について、さらに詳細に調査した結果を図3に示す。図3(a)は、N領域及びOSF領域となる V/G 値と T_{max} の範囲を示すグラフである。また、図3(b)は、V領域となる V/G 値と T_{max} の範囲を示すグラフである。さらに、図3(c)は、Cuデポ欠陥

10

20

30

40

50

領域のないN領域となるV/G値とTmaxの範囲を示すグラフである。

【0039】

図3(a)から明らかなように、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、-0.000724 \times Tmax + 1.31以上 - 0.000724 \times Tmax + 1.38未満の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域及び/又はOSF領域を有する単結晶を製造することができる。

より好ましくは、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、-0.000724 \times Tmax + 1.31以上 - 0.000724 \times Tmax + 1.37以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0040】

また、図3(b)から明らかなように、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、-0.000724 \times Tmax + 1.38以上の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にOSFリングを外方に排除した単結晶を製造することができる。

【0041】

さらに、図3(c)から明らかなように、V/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を、-0.000724 \times Tmax + 1.31以上 - 0.000724 \times Tmax + 1.35以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、より確実にCuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0042】

また、図3(a)～(c)を見て判るように、Tmax()を、1560以下以下の範囲とすることで、所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有するV/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を十分に高いものとすることができます。例えば、図3(a)及び図3(c)から、Tmax()を1560以下とすれば、I領域とN領域の境界のV/G値($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$)を0.18以上と高いものにできることが判る。したがって、生産性良く所望品質の単結晶を製造することができるようになる。

【0043】

尚、ルツボと原料融液の界面での最高温度Tmax()は、HZを変えることにより変更することができる。

例えば、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより所望範囲に変更することができる。

【0044】

このうち、ルツボ底面部及び側面部に断熱材が配設された単結晶製造装置を図1に示す。この単結晶製造装置1は、ルツボ底面部及び側面部に断熱材17を配設した以外は、図2で示した単結晶製造装置とほとんど同じである。すなわち、ここでは、単結晶製造装置1のうち、メインチャンバー2内の、単結晶4、原料融液6、石英ルツボ7、黒鉛ルツボ8、シャフト9、黒鉛ヒーター10、断熱部材11、黒鉛筒13、断熱材14、そしてルツボの断熱材17を示している。これらのうち、特に、ルツボの断熱材17の数、大きさ、位置、素材等を変えて配設することによりTmax()を所望範囲に変更することができる。

【0045】

また、Tmax()は、ルツボサイズを変えることにより変更することもできる。例えば、ルツボのサイズをより小さくすれば、Tmax()をより低くすることができ、したがって、図6に示すようにルツボサイズを小さくすることで所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有するV/G値をより高く設定することができる。ルツボのサイズを、例えば、引上げる単結晶直径より大きく、かつ2.5倍以下の範囲にすることで、Tmax()を十分に低くすることができ、したがって、所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有するV/G値を十分に高い範囲に設定できる。

【0046】

以上のような本発明の単結晶の製造方法は、近年ますます単結晶製造装置が多様化し、所

10

20

30

40

50

望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値を正確に予想することが困難となつてゐる上に、品質に対する要求が厳しいものとなつてゐるシリコン単結晶を製造するのに、特に適してゐる。

【0047】

さらに、本発明の単結晶の製造方法は、近年、需要が高まり、品質に対する要求も厳しくなつてゐる直径200mm以上の単結晶を製造するのに、特に有効である。

【0048】

そして、このような本発明の単結晶の製造方法で製造された単結晶は、高品質なものである。

【0049】

10

【実施例】

以下、本発明を、実施例を挙げて具体的に説明する。

(実施例1)

図1に示したような単結晶製造装置(ルツボ口径600mm(24インチ))を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

そのために、先ず、ルツボ底面部及び側面部に断熱材を配設し、ルツボと原料融液の界面での最高温度Tmax()を、1514に設定した。このように設定したTmax()から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、V/G値(mm²/K·min)の範囲を、0.21以上0.25以下(-0.000724×1514+1.35以下)の範囲にすれば良い(図3(c)参照。)。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、V/G値(mm²/K·min)の範囲を、安全を取って0.22以上0.24以下の範囲に決定した。次に、この決定したV/G値(mm²/K·min)の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置AのHZでは、固液界面の温度勾配Gが、2.337K/mmであったため、引上げ速度Vを0.51mm/min以上0.56mm/min以下の範囲に制御して引上げた。

20

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0050】

30

(実施例2)

実施例1と同様の単結晶製造装置を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。ただし、ルツボと原料融液の界面での最高温度Tmax()を変更するための断熱材を設けなかつた。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度Tmax()が1560であった。このTmax()から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、V/G値(mm²/K·min)の範囲を、0.18以上0.22以下(-0.000724×1560+1.31以上-0.000724×1560+1.35以下)の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、V/G値(mm²/K·min)の範囲を、安全を見て、0.19以上0.21以下の範囲に決定した。次に、この決定したV/G値(mm²/K·min)の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配Gが、2.500K/mmであったため、引上げ速度Vを0.48mm/min以上0.53mm/min以下の範囲に制御して引上げた。

40

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0051】

(実施例3)

実施例1、2の単結晶製造装置とは異なる単結晶製造装置(ルツボの口径が750mm

50

(30インチ)を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}()$ が1600であった。この $T_{max}()$ から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 V/G 値($mm^2/K \cdot min$)の範囲を、0.15以上0.19以下(-0.000724×1600+1.31以上-0.000724×1600+1.35以下)の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、 V/G 値($mm^2/K \cdot min$)の範囲を、安全を見込んで、0.16以上0.18以下の範囲に決定した。次に、この決定した V/G 値($mm^2/K \cdot min$)の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配Gが、2.674K/mmであったため、引上げ速度Vを0.43mm/min以上0.48mm/min以下の範囲に制御して引上げた。
10

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0052】

(実施例4)

実施例1とほぼ同じ単結晶製造装置を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面無欠陥領域ではなく、OSFリングを外方に排除して、結晶の径方向ほぼ全面がV領域となるように引上げることとした。ただし、ここで用いた単結晶製造装置は、原料融液6の表面と断熱材14の下端との距離が実施例1の単結晶製造装置と比較して半分の距離になるように断熱材14の位置を調節したものである。
20

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}()$ が1514であった。この $T_{max}()$ から、結晶の径方向ほぼ全面がV領域を有する単結晶を製造するためには、 V/G 値($mm^2/K \cdot min$)の範囲を、0.28以上(-0.000724×1514+1.38以上)の範囲にすれば良い。また、 V/G 値($mm^2/K \cdot min$)は、単結晶が変形しないで育成できる範囲である1.90以下(-0.000724×1514+3.0以下)の範囲にする必要がある。したがって、結晶の径方向ほぼ全面がV領域を有する単結晶を引上げるために、 V/G 値($mm^2/K \cdot min$)の範囲を、安全を見込んで、0.29以上0.31以下の範囲に決定した。次に、この決定した V/G 値($mm^2/K \cdot min$)の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配の最大Gが、4.07K/mmであったため、引上げ速度Vを1.18mm/min以上1.26mm/min以下の範囲に制御して引上げた。
30

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、単結晶の径方向ほぼ全面で確実にOSFリングを排除したものとできることを確認できた。

【0053】

実施例1～3から判るように、ルツボと原料融液界面での最高温度 $T_{max}()$ を、 V/G 値を決定する際のパラメーターとして用いることで、それぞれの単結晶製造装置に応じて、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する V/G 値を正確に決定することができた。したがって、このように決定した V/G 値に制御することで、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を確実に引上げることができる。また、実施例1、2から判るように、断熱材を配設して、 $T_{max}()$ を低い温度に変更することで、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する V/G 値を高くすることができた。したがって、引上げ速度Vを速めに設定することができ、単結晶の生産性を上げることができた。
40

【0054】

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0055】

例えば本発明では窒素やカーボン等の不純物を添加しない場合(ノンドープ)の単結晶を
50

製造する方法について説明したが、窒素やカーボンなどの不純物を添加する場合、 V/G 値がノンドープとは大きく異なるが、このような場合にも、 T_{max} とは同様の関係にあり、それぞれの不純物、そしてそれらの濃度で変化する欠陥領域に対する V/G 値に対して T_{max} による補正を加えることも、本発明の範囲に包含される。

【0056】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、 V/G 値を制御して単結晶を引上げる際に、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する V/G 値をより正確に決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を生産性よく引上げることができる。

【図面の簡単な説明】

10

【図1】ルツボ底面部及び側面部に断熱材が配設された単結晶製造装置の概略断面図である。

【図2】通常の単結晶製造装置の概略断面図である。

【図3】所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶となる V/G 値と T_{max} の範囲について示したグラフである。

(a) N領域及びOSF領域となる V/G 値と T_{max} の範囲、

(b) V領域となる V/G 値と T_{max} の範囲、

(c) Cuデポ欠陥領域のないN領域となる V/G 値と T_{max} の範囲。

【図4】 N_v 領域と N_i 領域の境界の V/G 値と T_{max} () の関係を示すグラフである。

20

【図5】成長速度と結晶の欠陥分布を示す説明図である。

【図6】 N_v 領域と N_i 領域の境界の V/G 値とルツボ口径の関係を示すグラフである。

【符号の説明】

1 ... 単結晶製造装置、 2 ... メインチャンバー、 3 ... 引上げチャンバー、

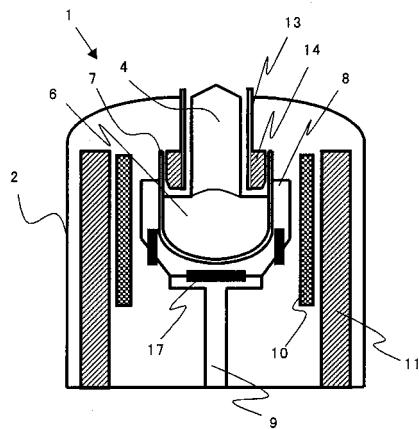
4 ... 単結晶、 5 ... ワイヤー、 6 ... 原料融液、 7 ... 石英ルツボ、

8 ... 黒鉛ルツボ、 9 ... シャフト、 10 ... 黒鉛ヒーター、

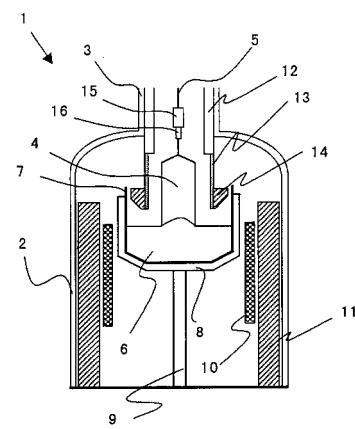
11 ... 断熱部材、 12 ... 冷却筒、 13 ... 黒鉛筒、 14 ... 断熱材、

15 ... 種ホルダー、 16 ... 種結晶、 17 ... 断熱材。

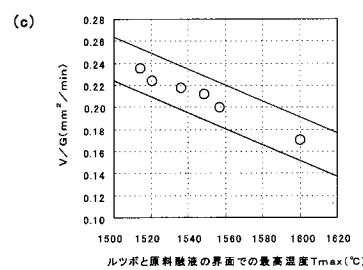
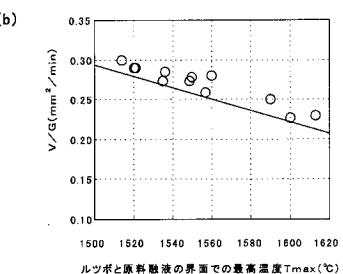
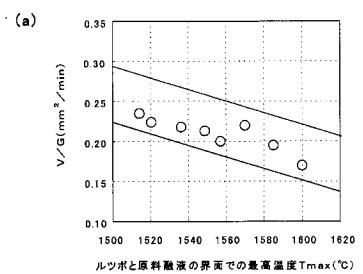
【図1】



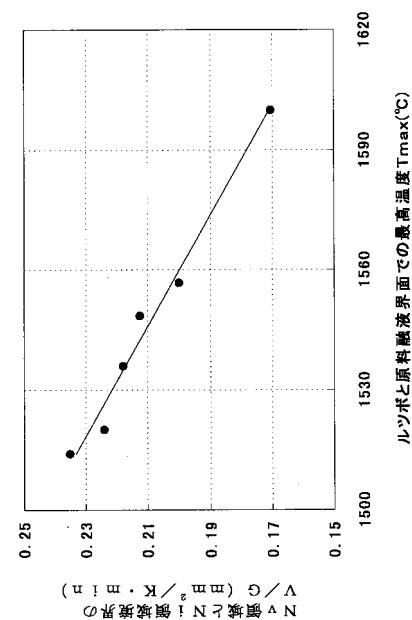
【図2】



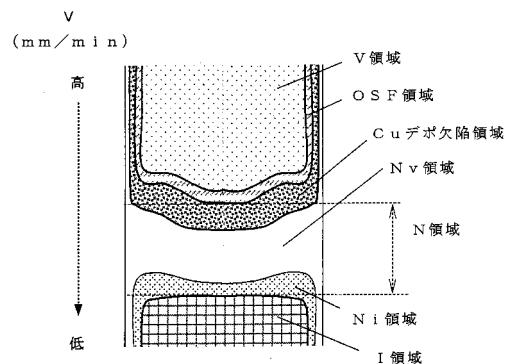
【図3】



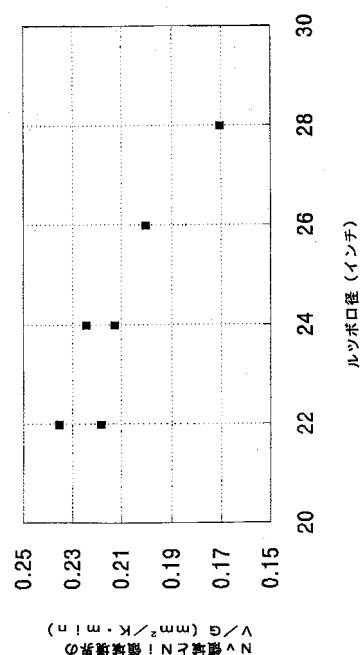
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2002-201093(JP,A)
特開平09-263485(JP,A)
特開2000-001391(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B1/00-35/00