(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
2015 年 6 月 11 日(11.06.2015)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2015/083327 A1

(51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2014/005723

(22) 国際出願日: 2014 年 11 月 14 日(14.11.2014)

(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 2013-252339 2013 年 12 月 5 日(05.12.2013) 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: 末若　良太(SUEWAKA, Ryota); 〒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: アセンド特許業務法人(ASCEND IP LAW FIRM); 〒5300003 大阪府大阪市北区堂島一丁目５番１７号 Osaka (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).

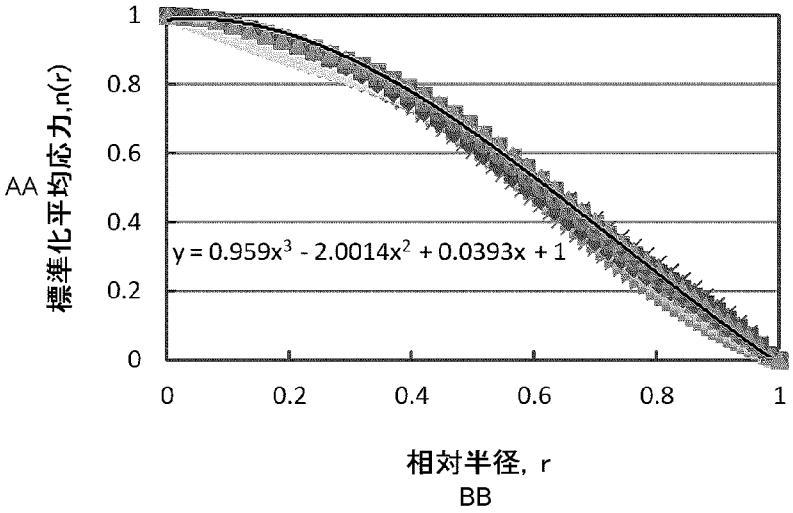
添付公開書類:
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2015/083327 A1

(54) **Title**: METHOD FOR GROWING SILICON SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称 : シリコン単結晶の育成方法

FIG.8



AA Standardization average stress, n(r)
BB Relative radius, r

(57) **Abstract**: A method for growing a silicon single crystal using a single crystal growing device which is provided with a water-cooled body that encloses a growing single crystal and which is provided with a thermal shield that surrounds an outer peripheral face and lower end face of the water-cooled body, the method comprising, when growing a single crystal with a radius of R_{max}(mm), pulling the single crystal under a condition which satisfies formula (A) in a range of $0<R<R_{max}$-35(mm) given that a temperature gradient of the direction of an actual pulling axis at a position radius R (mm) from the center of the single crystal is $G_{real}(R)$ and an optimum temperature gradient is $G_{ideal}(R)$ in the vicinity of a solid-liquid interface of the single crystal. $|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.08$ …(A) In the formula (A), $G_{ideal}(R)=[(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(0))/(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(x))]\times G_{real}(0)$, and in this formula, $x=R/R_{max}$, and $\sigma_{mean}(x)$ is average stress at a position radius R from the center of the single crystal. According to this growing method, a large diameter crystal with no defects can be accurately grown.

(57) 要約:

[続葉有]

育成中の単結晶を囲繞する水冷体を配置するとともに、この水冷体の外周面および下端面を包囲する熱遮蔽体を配置した単結晶育成装置を用い、半径が R_{max}(mm)の単結晶の育成時に、単結晶の固液界面近傍にて、単結晶の中心から半径 R(mm)の位置における実際の引き上げ軸方向の温度勾配を $G_{real}(R)$、最適温度勾配を $G_{ideal}(R)$とした場合、$0<R<R_{max}-35$(mm)の範囲で、下記(A)式を満足する条件で単結晶の引き上げを行う、シリコン単結晶の育成方法。 $|G_{real}(R) - G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.08$ … (A) (A)式中、$G_{ideal}(R)=[(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(0))/(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(x))]\times G_{real}(0)$であり、この式中、$x=R/R_{max}$であり、$\sigma_{mean}(x)$は単結晶の中心から半径 R の位置における平均応力である。この育成方法により、大径無欠陥結晶を精度良く育成することができる。

明　細　書

発明の名称 ： シリコン単結晶の育成方法

技術分野

[0001] 本発明は、チョクラルスキー法（以下、「ＣＺ法」という）によるシリコン単結晶の育成方法に関し、特に、ＯＳＦ（Oxidation Induced Stacking Fault：酸化誘起積層欠陥）や、ＣＯＰ（Crystal Originated Particle）などの赤外線散乱体欠陥や、ＬＤ（Interstitial-type Large Dislocation）などの転位クラスタといった点欠陥が発生しない無欠陥結晶を育成する方法に関する。

背景技術

[0002] 単結晶育成装置を用いたＣＺ法では、減圧下の不活性ガス雰囲気に維持されたチャンバ内において、石英ルツボに貯溜されたシリコンの原料融液に種結晶を浸漬し、浸漬した種結晶を徐々に引き上げる。これにより、種結晶の下端に連なってシリコン単結晶が育成される。

[0003] 図１は、ボロンコフ理論に基づいて各種の欠陥が発生する状況を説明する模式図である。同図に示すように、ボロンコフ理論では、引き上げ速度をＶ（ｍｍ／ｍｉｎ）とし、ルツボ内の原料融液とインゴット（シリコン単結晶）との固液界面近傍における引き上げ軸方向の温度勾配をＧ（℃／ｍｍ）としたとき、それらの比であるＶ／Ｇを横軸にとり、空孔型点欠陥の濃度と格子間シリコン型点欠陥の濃度を同一の縦軸にとって、Ｖ／Ｇと点欠陥濃度との関係を模式的に表現している。そして、空孔型点欠陥の発生する領域と格子間シリコン型点欠陥の発生する領域の境界が存在し、その境界がＶ／Ｇによって決定されることを説明している。

[0004] 空孔型点欠陥は、結晶格子を構成すべきシリコン原子が欠けた空孔を根源とするものであり、この空孔型点欠陥の凝集体の代表格がＣＯＰである。格子間シリコン型点欠陥は、結晶格子間にシリコン原子が入り込んだ格子間シリコンを根源とするものであり、この格子間シリコン型点欠陥の凝集体の代

表格がＬＤである。

[0005] 図１に示すように、Ｖ／Ｇが臨界点を上回ると、空孔型点欠陥濃度が優勢な単結晶が育成される。その反面、Ｖ／Ｇが臨界点を下回ると、格子間シリコン型点欠陥濃度が優勢な単結晶が育成される。このため、Ｖ／Ｇが臨界点より小さい（Ｖ／Ｇ）$_1$を下回る範囲では、単結晶内で格子間シリコン型点欠陥が支配的であって、格子間シリコン点欠陥の凝集体が存在する領域［Ｉ］が出現し、ＬＤが発生する。Ｖ／Ｇが臨界点より大きい（Ｖ／Ｇ）$_2$を上回る範囲では、単結晶内で空孔型点欠陥が支配的であって、空孔型点欠陥の凝集体が存在する領域［Ｖ］が出現し、ＣＯＰが発生する。

[0006] Ｖ／Ｇが（Ｖ／Ｇ）$_1$～（Ｖ／Ｇ）$_2$の範囲では、単結晶内で空孔型点欠陥および格子間シリコン型点欠陥のいずれも凝集体としては存在しない無欠陥領域［Ｐ］が出現し、ＯＳＦを含めＣＯＰおよびＬＤのいずれの欠陥も発生しない。無欠陥領域［Ｐ］に隣接する領域［Ｖ］（Ｖ／Ｇが（Ｖ／Ｇ）$_2$～（Ｖ／Ｇ）$_3$の範囲）には、ＯＳＦ核を形成するＯＳＦ領域が存在する。

[0007] また、無欠陥領域［Ｐ］は、ＯＳＦ領域に隣接する領域［Ｐ$_V$］と、領域［Ｉ］に隣接する領域［Ｐ$_I$］とに区分される。すなわち、無欠陥領域［Ｐ］のうち、Ｖ／Ｇが臨界点～（Ｖ／Ｇ）$_2$の範囲では、凝集体にならない空孔型点欠陥が優勢に存在する領域［Ｐ$_V$］が出現し、Ｖ／Ｇが（Ｖ／Ｇ）$_1$～臨界点の範囲では、凝集体にならない格子間シリコン点欠陥が優勢に存在する領域［Ｐ$_I$］が出現する。

[0008] 図２は、単結晶育成時の引き上げ速度と欠陥分布との関係を示す模式図である。同図に示す欠陥分布は、引き上げ速度Ｖを徐々に低下させながらシリコン単結晶を育成し、育成した単結晶を中心軸（引き上げ軸）に沿って切断して板状試片とし、その表面にＣｕを付着させ、熱処理を施した後、その板状試片をＸ線トポグラフ法により観察した結果を示している。

[0009] 図２に示すように、引き上げ速度を高速にして育成を行った場合、単結晶の引き上げ軸方向と直交する面内全域にわたり、空孔型点欠陥の凝集体（ＣＯＰ）が存在する領域［Ｖ］が発生する。引き上げ速度を低下させていくと

、単結晶の外周部からＯＳＦ領域がリング状に出現する。このＯＳＦ領域は、引き上げ速度の低下に伴ってその径が次第に縮小し、引き上げ速度がV_1になると消滅する。これに伴い、ＯＳＦ領域に代わって無欠陥領域［Ｐ］（領域［P_V］）が出現し、単結晶の面内全域が無欠陥領域［Ｐ］で占められる。そして、引き上げ速度がV_2までに低下すると、格子間シリコン型点欠陥の凝集体（ＬＤ）が存在する領域［Ｉ］が出現し、ついには無欠陥領域［Ｐ］（領域［P_I］）に代わって単結晶の面内全域が領域［Ｉ］で占められる。

[0010] 昨今、半導体デバイスの微細化の発展により、シリコンウェーハに要求される品質がますます高まっている。また、歩留り向上のため、シリコンウェーハの大径化に対する要求もますます高まっている。このため、シリコンウェーハの素材であるシリコン単結晶の製造においては、ＯＳＦやＣＯＰやＬＤなどの各種の点欠陥を排除し、面内全域にわたって無欠陥領域［Ｐ］が分布する、大径無欠陥結晶を育成する技術が強く望まれている。

[0011] この要求に応えるには、シリコン単結晶を引き上げる際、前記図１および図２に示すように、ホットゾーン内でＶ／Ｇが、面内全域にわたり、格子間シリコン型点欠陥の凝集体が発生しない第１臨界点$(V/G)_1$以上であって、空孔型点欠陥の凝集体が発生しない第２臨界点$(V/G)_2$以下に確保されるように管理を行う必要がある。実操業では、引き上げ速度の狙いをV_1とV_2の間（例えば両者の中央値）に設定し、仮に育成中に引き上げ速度を変更したとしてもV_1～V_2の範囲に収まるように管理する。

[0012] また、固液界面近傍における引き上げ軸方向の温度勾配Ｇは、固液界面近傍のホットゾーンの寸法に依存することから、単結晶育成に先立ち、予めそのホットゾーンを適正に設計しておく。一般に、ホットゾーンは、育成中の単結晶を囲繞するように配置された水冷体と、この水冷体の外周面および下端面を包囲するように配置された熱遮蔽体とから構成される。ここで、ホットゾーンを設計するにあたっての管理指標としては、単結晶の中心部の引き上げ軸方向の温度勾配G_cと、単結晶の外周部の引き上げ軸方向の温度勾配G_eが用いられる。そして、無欠陥結晶を育成するために、例えば特許文献１に

開示された技術では、単結晶中心部の温度勾配G_cと単結晶外周部の温度勾配G_eとの差ΔG（$=G_e-G_c$）が０．５℃／ｍｍ以内となるようにしている。

[0013] ところで、近年、無欠陥結晶の育成で狙うべきＶ／Ｇが、単結晶育成時に単結晶中に作用する応力によって変動することが分かってきている。このため、前記特許文献１に開示された技術では、その応力の効果をまったく考慮していないことから、完全な無欠陥結晶が得られない状況が少なからず起こる。

[0014] この点、例えば特許文献２には、直径が３００ｍｍ以上の単結晶を育成の対象とし、単結晶中の応力の効果を考慮して、単結晶中心部の引き上げ軸方向の温度勾配G_cと単結晶外周部の引き上げ軸方向の温度勾配G_eとの比（以下、「温度勾配比」ともいう）G_c/G_eを１．８よりも大きくする技術が開示されている。しかし、特許文献２に開示される技術では、単結晶中の応力の効果を考慮しているといえども、必ずしも完全な無欠陥結晶が得られるとは限らない。これは、単結晶中の引き上げ軸方向と直交する面内の応力分布が影響していると考えられる。

先行技術文献

特許文献

[0015] 特許文献1：特開平１１－７９８８９号公報

特許文献2：特許第４８１９８３３号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0016] 本発明は、上記の問題に鑑みてなされたものであり、単結晶育成時に単結晶中に作用する応力の面内分布を考慮し、大径のものも含め、無欠陥結晶を精度良く育成することができるシリコン単結晶の育成方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0017] 本発明者らは、上記目的を達成するため、単結晶育成時に単結晶中に作用

する応力に着目し、この応力を加味した数値解析を行って鋭意検討を重ねた。その結果、下記の知見を得た。

[0018] 図３は、単結晶中に作用する応力σ_{mean}と臨界Ｖ／Ｇの関係を示す図である。ホットゾーンの条件を種々変更した総合伝熱解析により、臨界Ｖ／Ｇと平均応力σ_{mean}との関係を調査した結果、図３に示すように、（臨界Ｖ／Ｇ）＝０．１７８９＋０．００１２×σ_{mean}であることが見出された。

[0019] 単結晶の引き上げ軸方向と直交する面内の応力分布には規則性があり、単結晶中心部の応力を定めれば、その面内の応力分布は、単結晶の中心から半径方向の距離Ｒの関数として表すことができる。さらに、単結晶中心部の応力を定めるとともに、単結晶を包囲する熱遮蔽体の下端と石英ルツボ内の原料融液の液面との隙間の大きさを定めれば、単結晶中の面内の応力分布から、無欠陥結晶を育成するのに最適な温度勾配の分布G_{ideal}（Ｒ）を把握することが可能となる。そして、その最適温度勾配の分布G_{ideal}（Ｒ）を管理指標として用いることにより、ホットゾーンの適正な寸法設計が行えるようになり、しかも、その最適温度勾配の分布G_{ideal}（Ｒ）を基準とした、実際の温度勾配の分布G_{real}（Ｒ）の管理範囲を設定することにより、無欠陥結晶を精度良く育成することが可能になる。

[0020] 本発明は、上記の知見に基づいて完成させたものであり、その要旨は下記のシリコン単結晶の育成方法にある。すなわち、本発明のシリコン単結晶の育成方法は、

ＣＺ法によりチャンバ内に配置したルツボ内の原料融液からシリコン単結晶を引き上げて育成する方法であって、

育成中の単結晶を囲繞する水冷体を配置するとともに、この水冷体の外周面および下端面を包囲する熱遮蔽体を配置した単結晶育成装置を用い、

半径がR_{max}（ｍｍ）の単結晶の育成時に、単結晶の固液界面近傍にて、単結晶の中心から半径Ｒ（ｍｍ）の位置における実際の引き上げ軸方向の温度勾配をG_{real}（Ｒ）、単結晶の中心から半径Ｒの位置における引き上げ軸方向の最適温度勾配をG_{ideal}（Ｒ）とした場合、０＜Ｒ＜R_{max}－３５（ｍｍ

）の範囲で、下記（Ａ）式を満足する条件で単結晶の引き上げを行うことを特徴とする。

$$|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.08 \quad \cdots(A)$$

上記（Ａ）式中、$G_{ideal}(R)$は下記（ａ）式で表される。

$$G_{ideal}(R)=[(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(0))/(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(x))]\times G_{real}(0) \quad \cdots(a)$$

上記（ａ）式中、$x=R/R_{max}$であり、$\sigma_{mean}(0)$および$\sigma_{mean}(x)$は、それぞれ下記（ｂ）式および（ｃ）式で表される。

$$\sigma_{mean}(0)=-b_1\times G_{real}(0)+b_2 \quad \cdots(b)$$

$$\sigma_{mean}(x)=[n(x)\times(\sigma_{mean}(0)-\sigma_{mean}(0.75))-(N\times\sigma_{mean}(0)-\sigma_{mean}(0.75))]/(1-N) \quad \cdots(c)$$

上記（ｃ）式中、Ｎ＝０．３０８２７であり、$\sigma_{mean}(0.75)$および$n(x)$は、それぞれ下記（ｄ）式および（ｅ）式で表される。

$$\sigma_{mean}(0.75)=d_1\times GAP-d_2 \quad \cdots(d)$$

$$n(x)=0.959x^3-2.0014x^2+0.0393x+1 \quad \cdots(e)$$

上記（ｄ）式中、ＧＡＰは前記熱遮蔽体の下端と前記原料融液の液面との間隔（ｍｍ）である。

[0021] 上記の育成方法では、下記（Ｂ）式を満足する条件で単結晶の引き上げを行うことが好ましい。

$$|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.05 \quad \cdots(B)$$

[0022] 上記の育成方法では、直径が３００ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（ｂ）式中、$b_1=17.2$、$b_2=40.8$とし、上記（ｄ）式中、$d_1=0.108$、$d_2=11.3$とする。

[0023] 上記の育成方法では、直径が４５０ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（ｂ）式中、$b_1=27.5$、$b_2=44.7$とし、上記（ｄ）式中、$d_1=0.081$、$d_2=11.2$とする。

発明の効果

[0024] 本発明のシリコン単結晶の育成方法によれば、単結晶中の応力の効果を考慮し、温度勾配の分布G_{real}（R）の管理範囲を適正に設定しているので、無欠陥結晶を精度良く育成することが可能になる。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]図１は、ボロンコフ理論に基づいて各種の欠陥が発生する状況を説明する模式図である。

[図2]図２は、単結晶育成時の引き上げ速度と欠陥分布との関係を示す模式図である。

[図3]図３は、単結晶中に作用する平均応力σ_{mean}と臨界Ｖ／Ｇの関係を示す図である。

[図4]図４は、単結晶中心部の面内平均応力σ_{mean}（０）と単結晶中心部の温度勾配Ｇ（０）との関係を示す図であり、同図（ａ）は直径３００ｍｍの単結晶、同図（ｂ）は直径４５０ｍｍの単結晶の場合を示す。

[図5]図５は、直径３００ｍｍの単結晶を育成する場合において、単結晶の中心からの相対半径ｒと面内平均応力σ_{mean}（ｒ）との関係を示す図であり、同図（ａ）は液面Ｇａｐの大きさが４０ｍｍの場合を、同図（ｂ）は液面Ｇａｐの大きさが７０ｍｍの場合を、同図（ｃ）は液面Ｇａｐの大きさが９０ｍｍの場合をそれぞれ示す。

[図6]図６は、直径４５０ｍｍの単結晶を育成する場合において、単結晶の中心からの相対半径ｒと面内平均応力σ_{mean}（ｒ）との関係を示す図であり、同図（ａ）は液面Ｇａｐの大きさが６０ｍｍの場合を、同図（ｂ）は液面Ｇａｐの大きさが９０ｍｍの場合を、同図（ｃ）は液面Ｇａｐの大きさが１２０ｍｍの場合をそれぞれ示す。

[図7]図７は、液面Ｇａｐの大きさと平均応力σ_{mean}（０．７５）との関係を示す図であり、同図（ａ）は直径３００ｍｍの単結晶の場合を、同図（ｂ）は直径４５０ｍｍの単結晶の場合をそれぞれ示す。

[図8]図８は、単結晶の中心からの相対半径ｒと標準化平均応力ｎ（ｒ）の関係を示す図である。

[図9]図９は、単結晶の中心からの相対半径ｒと最適温度勾配G_{ideal}の関係を示す図であり、同図（ａ）は直径３００ｍｍの単結晶の場合を、同図（ｂ）は直径４５０ｍｍの単結晶の場合をそれぞれ示す。

[図10]図１０は、本発明のシリコン単結晶の育成方法を適用できる単結晶育成装置の構成を模式的に示す図である。

発明を実施するための形態

[0026] 以下に、本発明のシリコン単結晶の育成方法について、その実施形態を詳述する。

[0027] １．応力効果を導入した臨界Ｖ／Ｇの式

単結晶を育成するときの引き上げ速度をＶ（単位：ｍｍ／ｍｉｎ）、単結晶の固液界面近傍における引き上げ軸方向の温度勾配をＧ（単位：℃／ｍｍ）とし、無欠陥結晶が得られるＶとＧの比（以下、「臨界Ｖ／Ｇ」ともいう。）をξとする。臨界Ｖ／Ｇは、単結晶育成時に単結晶中に作用する応力の効果を導入すれば、下記の（１）式で定義することができる。ここでいう単結晶の固液界面近傍とは、単結晶の温度が融点から１３５０℃までの範囲のことをいう。

$$\xi_{\sigma mean}=\xi_0+\alpha\times\sigma_{mean} \quad \cdots(1)$$

[0028] 同式中、$\xi_{\sigma mean}$は、結晶中の応力がσ_{mean}のときの臨界Ｖ／Ｇを表す。ξ_0は、結晶中の応力がゼロであるときの臨界Ｖ／Ｇを示す定数である。αは応力係数であり、σ_{mean}は単結晶中の平均応力（単位：ＭＰａ）である。例えば、ξ_0は０．１７８９であり、αは０．００１２である。これらの値は、直径が３００ｍｍの単結晶を育成対象とする場合でも、４５０ｍｍの単結晶を育成対象とする場合でも変わらない。これらの値は、育成対象とする単結晶の直径に依存しないからである。ここでいう直径が３００ｍｍの単結晶とは、製品（シリコンウェーハ）の直径として３００ｍｍとなるものをいい、具体的には育成時の直径が３００．５～３３０ｍｍの単結晶である。同様に、直径が４５０ｍｍの単結晶とは、製品（シリコンウェーハ）の直径として４５０ｍｍとなるものをいい、具体的には育成時の直径が４５０．５～４８

０ｍｍの単結晶である。

[0029] ここで、平均応力σ_{mean}は、育成時に単結晶の体積変化を及ぼす応力に相当し、数値解析により把握できるものであり、単結晶中の微小部分における径方向に沿った面、円周方向に沿った面、および引き上げ軸方向と直交する面の３面それぞれに作用する応力の垂直成分σ_{rr}、$\sigma_{\theta\theta}$、およびσ_{zz}を抽出し、これらを合計して３で割ったものである。また、平均応力σ_{mean}の正は引張応力を、負は圧縮応力を意味する。

[0030] 上記（１）式は、一次元での臨界Ｖ／Ｇと平均応力σ_{mean}との関係を表しているが、無欠陥結晶を育成するためには、単結晶の引き上げ軸方向と直交する面内で考える必要がある。

[0031] ２．応力効果を導入した臨界Ｖ／Ｇの式の単結晶面内分布への拡張

単結晶を育成するときの引き上げ速度をＶ（単位：ｍｍ／ｍｉｎ）とする。また、育成する単結晶の半径をR_{max}（単位：ｍｍ）とし、単結晶の中心から半径Ｒ（単位：ｍｍ）の位置での固液界面近傍における引き上げ軸方向の温度勾配をＧ（ｒ）（単位：℃／ｍｍ）とする。ここで、ｒ＝Ｒ／R_{max}であり、ｒを相対半径と呼ぶ。ｒ＝０は単結晶の中心を意味し、ｒ＝１はＲ＝R_{max}であるため単結晶の外周を意味する。

[0032] 無欠陥結晶が得られるＶとＧ（ｒ）の比（以下、「臨界Ｖ／Ｇ（ｒ）」ともいい、数式上「$(V/G(r))_{cri}$」で表す。）は、応力効果を導入すれば、上記（１）式に準じて、下記の（２）式で定義することができる。この場合も、ξ_0は０．１７８９であり、αは０．００１２である。これらの値は、直径が３００ｍｍの単結晶を育成対象とする場合でも、４５０ｍｍの単結晶を育成対象とする場合でも変わらない。これらの値は、育成対象とする単結晶の直径に依存しないからである。

$$(V/G(r))_{cri}=\xi_0+\alpha\times\sigma_{mean}(r) \quad \cdots(2)$$

[0033] 同式中、$\sigma_{mean}(r)$は、単結晶の中心から相対半径ｒの位置での平均応力（単位：ＭＰａ）であり、単結晶の引き上げ軸方向と直交する面内での平均応力の分布を示す。

[0034] ここで、温度勾配Ｇ（ｒ）は、単結晶の引き上げ軸方向と直交する面内での温度勾配の分布を示すので、無欠陥結晶を育成するために最適な温度勾配Ｇ（ｒ）の分布を求めたい。しかし、面内での平均応力σ_{mean}（ｒ）の分布の規則性が不明であることが問題となる。また、無欠陥結晶を育成する条件において、面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の分布と、温度勾配Ｇ（ｒ）との間に何ら相関がない場合は、制御条件が定まらないことが問題となる。

[0035] そこで、面内平均応力σ_{mean}（ｒ）と温度勾配Ｇ（ｒ）との相関の有無、および面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の規則性について検討した。

[0036] ２－１．単結晶中心部の温度勾配と平均応力の関係

単結晶中心部の温度勾配Ｇ（０）と単結晶中心部の面内平均応力σ_{mean}（０）の関係を検討した。この検討は、以下のように行った。直径が３００ｍｍの単結晶、または４５０ｍｍの単結晶を育成する場合を前提にし、まずホットゾーンの条件を種々変更した総合伝熱解析により、各ホットゾーン条件での単結晶表面の輻射熱を算出し、次いで算出された各ホットゾーン条件での輻射熱と、種々変更した固液界面形状を境界条件として、各境界条件での単結晶内の温度を再計算した。ここで、ホットゾーンの条件変更としては、単結晶を包囲する熱遮蔽体の下端と石英ルツボ内の原料融液の液面との隙間（以下、「液面Ｇａｐ」ともいう）の大きさを変更した。また、固液界面形状の条件変更としては、原料融液の液面から固液界面の中心部までの引き上げ軸方向の高さ（以下、「界面高さ」ともいう）を変更した。そして、各条件について、再計算によって得られた単結晶内温度の分布に基づき、平均応力の計算を実施した。

[0037] 図４は、単結晶中心部の面内平均応力σ_{mean}（０）と単結晶中心部の温度勾配Ｇ（０）との関係を示す図であり、同図（ａ）は直径３００ｍｍの単結晶、同図（ｂ）は直径４５０ｍｍの単結晶の場合を示す。同図は、上記解析結果から得られたものである。同図から、単結晶中心部の平均応力σ_{mean}（０）は、界面高さによらず、単結晶中心部の温度勾配Ｇ（０）に比例し、両者の間に下記（３）式で表される相関があることが分かった。

$\sigma_{mean}(0) = -b_1 \times G(0) + b_2$ …（３）

ここで、b_1およびb_2はそれぞれ面内平均応力σ_{mean}（０）の計算値および単結晶中心部の温度勾配Ｇ（０）の計算値から一次近似で得られる定数である。直径３００ｍｍの単結晶では、b_1＝１７．２、b_2＝４０．８であり、厳密には、b_1＝１７．２１１、b_2＝４０．８２６である。直径４５０ｍｍの単結晶では、b_1＝２７．５、b_2＝４４．７であり、厳密には、b_1＝２７．５４８、b_2＝４４．７１３である。

[0038] ２－２．面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の規則性（その１）

引き続き、上記の数値解析により、面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の規則性について検討した。直径３００ｍｍの単結晶については、液面Ｇａｐの大きさを、４０ｍｍ、７０ｍｍおよび９０ｍｍの３種類の値に設定し、それぞれの場合について界面高さを０～２５ｍｍにおいて５ｍｍ間隔で６種類の高さに設定し、単結晶の中心から相対半径ｒの位置での面内平均応力σ_{mean}（ｒ）を算出した。直径４５０ｍｍの単結晶については、液面Ｇａｐの大きさを、６０ｍｍ、９０ｍｍおよび１２０ｍｍの３種類の値に設定し、それぞれの場合について界面高さを０～３５ｍｍにおいて５ｍｍ間隔で８種類の高さに設定し、単結晶の中心から相対半径ｒの位置での面内平均応力σ_{mean}（ｒ）を算出した。

[0039] 図５は、直径３００ｍｍの単結晶を育成する場合において、単結晶の中心からの相対半径ｒと面内平均応力σ_{mean}（ｒ）との関係を示す図であり、同図（ａ）は液面Ｇａｐの大きさが４０ｍｍの場合を、同図（ｂ）は液面Ｇａｐの大きさが７０ｍｍの場合を、同図（ｃ）は液面Ｇａｐの大きさが９０ｍｍの場合をそれぞれ示す。

[0040] 図６は、直径４５０ｍｍの単結晶を育成する場合において、単結晶の中心からの相対半径ｒと面内平均応力σ_{mean}（ｒ）との関係を示す図であり、同図（ａ）は液面Ｇａｐの大きさが６０ｍｍの場合を、同図（ｂ）は液面Ｇａｐの大きさが９０ｍｍの場合を、同図（ｃ）は液面Ｇａｐの大きさが１２０ｍｍの場合をそれぞれ示す。

[0041] 図５および図６から、液面ＧａｐのＳｉ大きさが一定であれば、界面高さによらず単結晶の中心からの相対半径ｒ＝０．７５の位置における平均応力σ_{mean}（０．７５）が一定の値となることがわかった。この知見に基づき、液面Ｇａｐの大きさと平均応力σ_{mean}（０．７５）との関係について検討したところ、図７が得られた。

[0042] 図７は、液面Ｇａｐの大きさと平均応力σ_{mean}（０．７５）との関係を示す図であり、同図（ａ）は直径３００ｍｍの単結晶の場合を、同図（ｂ）は直径４５０ｍｍの単結晶の場合をそれぞれ示す。同図から、液面Ｇａｐの大きさ（ＧＡＰ、単位：ｍｍ）と平均応力σ_{mean}（０．７５）（単位：ＭＰａ）との関係は、下記（４）式で表されることがわかった。すなわち、液面Ｇａｐの大きさが決まればσ_{mean}（０．７５）が決まることがわかった。

σ_{mean}（０．７５）＝d_1×ＧＡＰ－d_2 …（４）

ここで、d_1およびd_2はそれぞれ、各々の液面Ｇａｐの大きさと単結晶の中心からの相対半径ｒ＝０．７５の位置における平均応力σ_{mean}（０．７５）の計算値から一次近似で得られる定数である。直径３００ｍｍの単結晶では、d_1＝０．１０８、d_2＝１１．３であり、厳密には、d_1＝０．１０８４、d_2＝１１．３３３である。直径４５０ｍｍの単結晶では、d_1＝０．０８１、d_2＝１１．２であり、厳密には、d_1＝０．０８０８、d_2＝１１．２３３である。

[0043] ２－３．面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の規則性（その２）

さらに、面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の規則性について検討した。ここでは、面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の形状が、液面Ｇａｐの大きさまたは界面高さに依存するか否かについて検討した。

[0044] 上述した面内平均応力σ_{mean}（ｒ）を、下記（５）式でｎ（ｒ）として標準化した。（５）式中、σ_{mean}（０）は単結晶の中心における面内平均応力、σ_{mean}（１）は単結晶の外周における面内平均応力である。

ｎ（ｒ）＝［σ_{mean}（ｒ）－σ_{mean}（１）］／［σ_{mean}（０）－σ_{mean}（１）］ …（５）

[0045] 図８は、単結晶の中心からの相対半径ｒと標準化平均応力ｎ（ｒ）の関係を示す図である。同図には、単結晶の直径が３００ｍｍの場合と４５０ｍｍの場合について、液面ＧａｐのＧａｐの大きさと界面高さを種々変更し、各変更条件での面内平均応力σ_{mean}（ｒ）から算出した標準化平均応力ｎ（ｒ）をプロットした。同図から、標準化平均応力ｎ（ｒ）は、単結晶の直径、液面Ｇａｐの大きさおよび界面高さに依存しないことがわかった。ｎ（ｒ）は、同図に示す結果から下記（６）式で表すことができる。

ｎ（ｒ）＝０．９５９ｒ^3－２．００１４ｒ^2＋０．０３９３ｒ＋１ …（６）

[0046] すなわち、面内平均応力σ_{mean}（ｒ）には規則性があり、単結晶の中心における面内平均応力σ_{mean}（０）および単結晶の外周における面内平均応力σ_{mean}（１）が分かれば、上記（５）式から面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の分布を把握できる。

[0047] ３．最適温度勾配G_{ideal}（ｒ）の分布の導出

以上の検討により、再掲する下記（３）式、（４）式および（６）式が得られた。また、検討の際に、下記（５）式を用いた。

σ_{mean}（０）＝－b_1×Ｇ（０）＋b_2 …（３）

σ_{mean}（０．７５）＝d_1×ＧＡＰ－d_2 …（４）

ｎ（ｒ）＝０．９５９ｒ^3－２．００１４ｒ^2＋０．０３９３ｒ＋１ …（６）

ｎ（ｒ）＝［σ_{mean}（ｒ）－σ_{mean}（１）］／［σ_{mean}（０）－σ_{mean}（１）］ …（５）

ここで、直径が３００ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（３）式中、b_1＝１７．２、b_2＝４０．８であり、上記（４）式中、d_1＝０．１０８、d_2＝１１．３である。また、直径が４５０ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（３）式中、b_1＝２７．５、b_2＝４４．７であり、上記（４）式中、d_1＝０．０８１、d_2＝１１．２である。

[0048] （６）式から、ｎ（０．７５）は定数Ｎ（＝０．３０８２７）として算出

することができる。この定数Ｎを用い、（５）式にｒ＝０．７５を代入することにより、Ｐ（１）を表す数式として、下記（７）式が得られる。

$\sigma_{mean}(1) = [\sigma_{mean}(0.75) - N \times \sigma_{mean}(0)] / [1 - N]$ …（７）

[0049] さらに、上記（５）式を変形することにより、$\sigma_{mean}(r)$は、既に得られている上記（３）式の$\sigma_{mean}(1)$、上記（４）式の$\sigma_{mean}(0.75)$および上記（６）式のｎ（ｒ）、ならびに定数Ｎを用いて、下記（８）式で表すことができる。

$\sigma_{mean}(r) = n(r)[\sigma_{mean}(0) - \sigma_{mean}(1)] + \sigma_{mean}(1)$

$= [n(r) \times (\sigma_{mean}(0) - \sigma_{mean}(0.75)) - (N \times \sigma_{mean}(0) - \sigma_{mean}(0.75))] / (1 - N)$ …（８）

[0050] したがって、上記（３）式中のＧ（０）と上記（４）式中のＧＡＰを定めれば、上記（８）式から面内平均応力分布$\sigma_{mean}(r)$を求めることができる。

[0051] ところで、上述のように、臨界Ｖ／Ｇ（ｒ）は、下記（２）式で表される。

$(V/G(r))_{cri} = \xi_0 + \alpha \times \sigma_{mean}(r)$ …（２）

[0052] また、Ｖは定数と見なせる。したがって、無欠陥結晶を育成するのに最適な温度勾配$G_{ideal}(r)$は、（２）式においてｒ＝０としたＧ（０）を用いて、下記（９）式で表すことができる。

$G_{ideal}(r) = [(\xi_0 + \alpha \times \sigma_{mean}(0)) / (\xi_0 + \alpha \times \sigma_{mean}(r))] \times G(0)$ …（９）

[0053] ４．単結晶育成中の温度勾配の条件

直径が３００ｍｍまたは４５０ｍｍの単結晶を育成対象とする場合、ξ_0は０．１７８９であり、αは０．００１２であることから、これらの値を上記式（９）に代入して、単結晶の中心から半径Ｒ（単位：ｍｍ）の位置における引き上げ軸方向の最適温度勾配$G_{ideal}(R)$（単位：ＭＰａ）は下記（ａ

）式で表される。

$G_{ideal}(R)=[(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(0))/(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(x))]\times G_{real}(0)$ …（ａ）

（ａ）式中、$x=R/R_{max}$であり、$G_{real}(0)$は、単結晶の中心における実際の引き上げ軸方向の温度勾配である。$\sigma_{mean}(0)$、$\sigma_{mean}(x)$は、下記（ｂ）式および（ｃ）式で表される。（ｂ）式および（ｃ）式は、それぞれ上記（３）式および（８）式と同じ式である。$\sigma_{mean}(0)$は、単結晶の中心における平均応力であり、（ｂ）式で求めた値としてもよいし、他の方法で求めた値としてもよい。

$\sigma_{mean}(0)=-b_1\times G_{real}(0)+b_2$ …（ｂ）

$\sigma_{mean}(x)=[n(x)\times(\sigma_{mean}(0)-\sigma_{mean}(0.75))-(N\times\sigma_{mean}(0)-\sigma_{mean}(0.75))]/(1-N)$ …（ｃ）

直径が３００ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（ｂ）式中、$b_1=17.2$、$b_2=40.8$である。また、直径が４５０ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（ｂ）式中、$b_1=27.5$、$b_2=44.7$である。（ｃ）式中、$N=0.30827$であり、$\sigma_{mean}(0.75)$および$n(x)$は下記（ｄ）式および（ｅ）式で表される。（ｄ）式および（ｅ）式は、それぞれ上記（４）式および（６）式と同じ式である。

$\sigma_{mean}(0.75)=d_1\times GAP-d_2$ …（ｄ）

$n(x)=0.959x^3-2.0014x^2+0.0393x+1$ …（ｅ）

上記（ｄ）式中、ＧＡＰは液面Ｇａｐの大きさ（単位：ｍｍ）である。直径が３００ｍｍの単結晶を育成する場合、$d_1=0.108$、$d_2=11.3$である。また、直径が４５０ｍｍの単結晶を育成する場合、$d_1=0.081$、$d_2=11.2$である。

[0054] 図９は、単結晶の中心からの相対半径ｒと最適温度勾配G_{ideal}の関係を示す図であり、同図（ａ）は直径３００ｍｍの単結晶の場合を、同図（ｂ）は直径４５０ｍｍの単結晶の場合をそれぞれ示す。同図では、横軸をｒ（Ｒ／

R_{max}）とした。同図には、単結晶の中心における温度勾配G_{real}（０）を１．５℃／ｍｍ、２．０℃／ｍｍ、２．５℃／ｍｍ、３．０℃／ｍｍおよび３．５℃／ｍｍとし、液面Ｇａｐの大きさを６０ｍｍ、８０ｍｍおよび１００ｍｍとした場合について示した。同図に示すように、温度勾配G_{real}（０）と液面Ｇａｐの大きさを定めることにより、最適温度勾配を把握できる。

[0055] 半径R_{max}（ｍｍ）の単結晶を育成する際には、外周から３５ｍｍ以上内側の範囲、すなわち０＜Ｒ＜R_{max}－３５（ｍｍ）の範囲で、下記（Ａ）式を満足する条件で単結晶の引き上げを行う。これにより、無欠陥単結晶を精度良く育成することが可能となる。

$$|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.08 \quad \cdots(A)$$

ここで、G_{real}（Ｒ）は、単結晶の中心から半径Ｒ（ｍｍ）の位置における実際の引き上げ軸方向の温度勾配である。

[0056] また、無欠陥単結晶をより精度良く単結晶を育成するには、下記（Ｂ）式を満足する条件で単結晶の引き上げを行うことが好ましい。

$$|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.05 \quad \cdots(B)$$

[0057] このように、単結晶の引き上げ軸方向と直交する面内の平均応力σ_{mean}（ｒ）の分布には規則性があり、その面内平均応力σ_{mean}（ｒ）の分布は、単結晶中心部に限定した応力σ_{mean}（０）または温度勾配G_{real}（０）により把握することができる。その結果、点欠陥の発生に影響を及ぼす応力の効果を加味して、単結晶中心部の温度勾配G_{real}（０）または単結晶中心部の応力σ_{mean}（０）、ならびに液面Ｇａｐを定めることにより、無欠陥結晶を育成するのに最適な温度勾配G_{ideal}（Ｒ）の分布を把握することが可能となる。そして、その最適温度勾配G_{ideal}（Ｒ）の分布を管理指標として用いることにより、ホットゾーンの適正な寸法設計が行えるようになり、しかも、その最適温度勾配G_{ideal}（Ｒ）の分布を基準とした管理範囲を設定することにより、無欠陥結晶を精度良く育成することが可能になる。

[0058] ５．シリコン単結晶の育成

図８は、本発明のシリコン単結晶の育成方法を適用できる単結晶育成装置

の構成を模式的に示す図である。同図に示すように、単結晶育成装置は、その外郭をチャンバ１で構成され、その中心部にルツボ２が配置されている。ルツボ２は、内側の石英ルツボ２ａと、外側の黒鉛ルツボ２ｂとから構成される二重構造であり、回転および昇降が可能な支持軸３の上端部に固定されている。

[0059] ルツボ２の外側には、ルツボ２を囲繞する抵抗加熱式のヒータ４が配設され、その外側には、チャンバ１の内面に沿って断熱材５が配設されている。ルツボ２の上方には、支持軸３と同軸上で逆方向または同一方向に所定の速度で回転するワイヤなどの引き上げ軸６が配されている。この引き上げ軸６の下端には種結晶７が取り付けられている。

[0060] チャンバ１内には、ルツボ２内の原料融液９の上方で育成中のシリコン単結晶８を囲繞する円筒状の水冷体１１が配置されている。水冷体１１は、例えば、銅などの熱伝導性の良好な金属からなり、内部に流通される冷却水により強制的に冷却される。この水冷体１１は、育成中の単結晶８の冷却を促進し、単結晶中心部および単結晶外周部の引き上げ軸方向の温度勾配を制御する役割を担う。

[0061] さらに、水冷体１１の外周面および下端面を包囲するように、筒状の熱遮蔽体１０が配置されている。熱遮蔽体１０は、育成中の単結晶８に対して、ルツボ２内の原料融液９やヒータ４やルツボ２の側壁からの高温の輻射熱を遮断するとともに、結晶成長界面である固液界面の近傍に対しては、低温の水冷体１１への熱の拡散を抑制し、単結晶中心部および単結晶外周部の引き上げ軸方向の温度勾配を水冷体１１とともに制御する役割を担う。

[0062] チャンバ１の上部には、Ａｒガスなどの不活性ガスをチャンバ１内に導入するガス導入口１２が設けられている。チャンバ１の下部には、図示しない真空ポンプの駆動によりチャンバ１内の気体を吸引して排出する排気口１３が設けられている。ガス導入口１２からチャンバ１内に導入された不活性ガスは、育成中の単結晶８と水冷体１１との間を下降し、熱遮蔽体１０の下端と原料融液９の液面との隙間（液面Ｇａｐ）を経た後、熱遮蔽体１０の外側

、さらにルツボ２の外側に向けて流れ、その後にルツボ２の外側を下降し、排気口１３から排出される。

[0063] このような育成装置を用いたシリコン単結晶８の育成の際、チャンバ１内を減圧下の不活性ガス雰囲気に維持した状態で、ルツボ２に充填した多結晶シリコンなどの固形原料をヒータ４の加熱により溶融させ、原料融液９を形成する。ルツボ２内に原料融液９が形成されると、引き上げ軸６を下降させて種結晶７を原料融液９に浸漬し、ルツボ２および引き上げ軸６を所定の方向に回転させながら、引き上げ軸６を徐々に引き上げ、これにより種結晶７に連なった単結晶８を育成する。

[0064] 直径４５０ｍｍの単結晶の育成に際しては、無欠陥結晶を育成するために、単結晶の固液界面近傍にて、単結晶の中心から外周方向への距離Ｒ（ｍｍ）の位置における実際の引き上げ軸方向の温度勾配をG_{real}（Ｒ）とした場合、０＜Ｒ＜１９０ｍｍの範囲で、上記（Ａ）式を満足するように、単結晶の引き上げ速度を調整し、単結晶の引き上げを行う。また、単結晶の育成に先立ち、上記（Ａ）式を満足するように、ホットゾーン（熱遮蔽体および水冷体）の寸法形状を設計し、このホットゾーンを用いる。これにより、直径４５０ｍｍの大径無欠陥結晶を精度良く育成することができる。

産業上の利用可能性

[0065] 本発明のシリコン単結晶の育成方法は、ＯＳＦやＣＯＰやＬＤなどの各種の点欠陥が発生しない大径無欠陥結晶を育成するのに極めて有用である。

符号の説明

[0066] １：チャンバ、 ２：ルツボ、 ２ａ：石英ルツボ、
２ｂ：黒鉛ルツボ、 ３：支持軸、 ４：ヒータ、 ５：断熱材、
６：引き上げ軸、 ７：種結晶、 ８：シリコン単結晶、
９：原料融液、 １０：熱遮蔽体、 １１：水冷体、
１２：ガス導入口、 １３：排気口

請求の範囲

[請求項1] チョクラルスキー法によりチャンバ内に配置したルツボ内の原料融液からシリコン単結晶を引き上げて育成する方法であって、

育成中の単結晶を囲繞する水冷体を配置するとともに、この水冷体の外周面および下端面を包囲する熱遮蔽体を配置した単結晶育成装置を用い、

半径がR_{max}（ｍｍ）の単結晶の育成時に、単結晶の固液界面近傍にて、単結晶の中心から半径Ｒ（ｍｍ）の位置における実際の引き上げ軸方向の温度勾配をG_{real}（Ｒ）、単結晶の中心から半径Ｒの位置における引き上げ軸方向の最適温度勾配をG_{ideal}（Ｒ）とした場合、０＜Ｒ＜R_{max}－３５（ｍｍ）の範囲で、下記（Ａ）式を満足する条件で単結晶の引き上げを行う、シリコン単結晶の育成方法。

$$|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.08 \quad \cdots(A)$$

上記（Ａ）式中、G_{ideal}（Ｒ）は下記（ａ）式で表される。

$$G_{ideal}(R)=[(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(0))/(0.1789+0.0012\times\sigma_{mean}(x))]\times G_{real}(0) \quad \cdots(a)$$

上記（ａ）式中、ｘ＝Ｒ／R_{max}であり、σ_{mean}（０）およびσ_{mean}（ｘ）は、それぞれ下記（ｂ）式および（ｃ）式で表される。

$$\sigma_{mean}(0)=-b_1\times G_{real}(0)+b_2 \quad \cdots(b)$$

$$\sigma_{mean}(x)=[n(x)\times(\sigma_{mean}(0)-\sigma_{mean}(0.75))-(N\times\sigma_{mean}(0)-\sigma_{mean}(0.75))]/(1-N) \quad \cdots(c)$$

上記（ｃ）式中、Ｎ＝０．３０８２７であり、σ_{mean}（０．７５）およびｎ（ｘ）は、それぞれ下記（ｄ）式および（ｅ）式で表される。

$$\sigma_{mean}(0.75)=d_1\times GAP-d_2 \quad \cdots(d)$$

$n(x)=0.959x^3-2.0014x^2+0.0393x+1$ …（ｅ）

上記（ｄ）式中、ＧＡＰは前記熱遮蔽体の下端と前記原料融液の液面との間隔（ｍｍ）である。

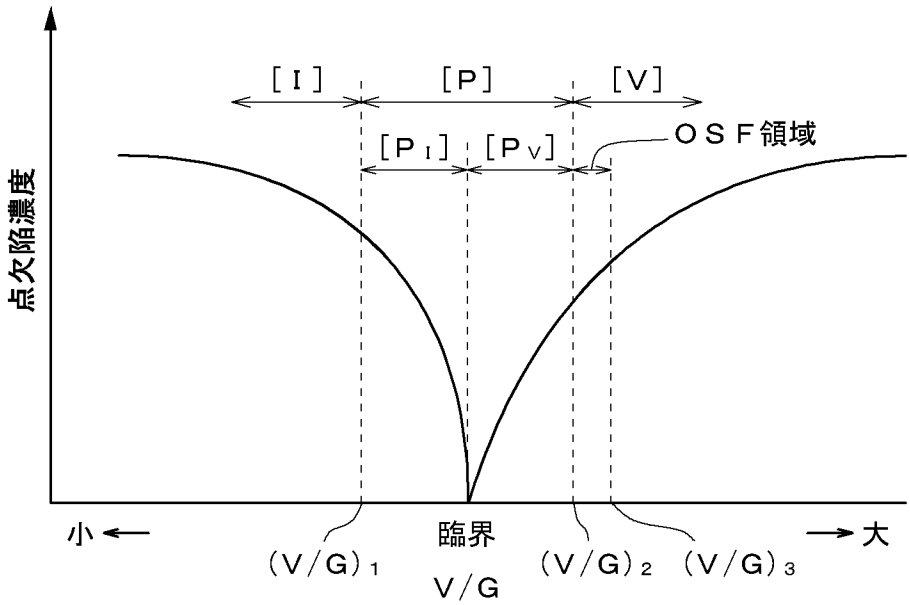
[請求項2] 下記（Ｂ）式を満足する条件で単結晶の引き上げを行う、請求項１に記載のシリコン単結晶の育成方法。

$|G_{real}(R)-G_{ideal}(R)|/G_{real}(R)<0.05$ …（Ｂ）

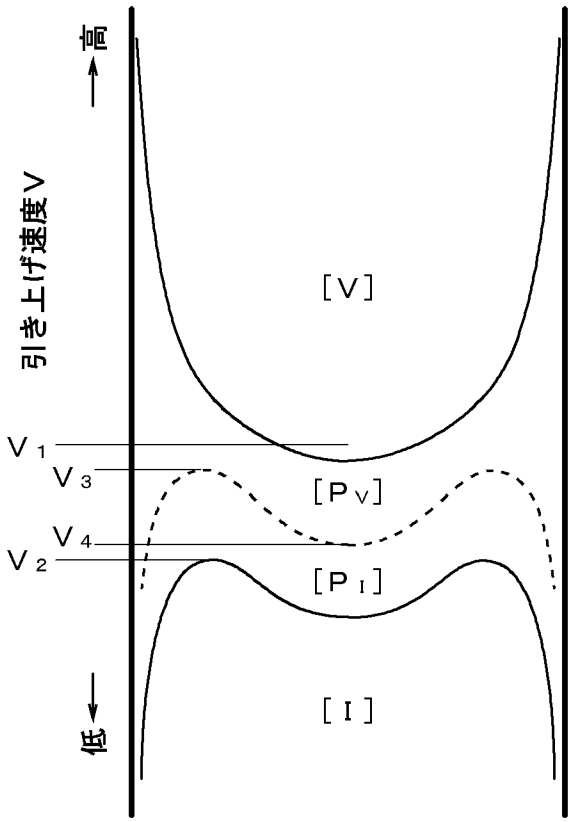
[請求項3] 直径が３００ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（ｂ）式中、b_1＝１７．２、b_2＝４０．８、上記（ｄ）式中、d_1＝０．１０８、d_2＝１１．３である、請求項１または２に記載のシリコン単結晶の育成方法。

[請求項4] 直径が４５０ｍｍの単結晶を育成する場合、上記（ｂ）式中、b_1＝２７．５、b_2＝４４．７、上記（ｄ）式中、d_1＝０．０８１、d_2＝１１．２である、請求項１または２に記載のシリコン単結晶の育成方法。

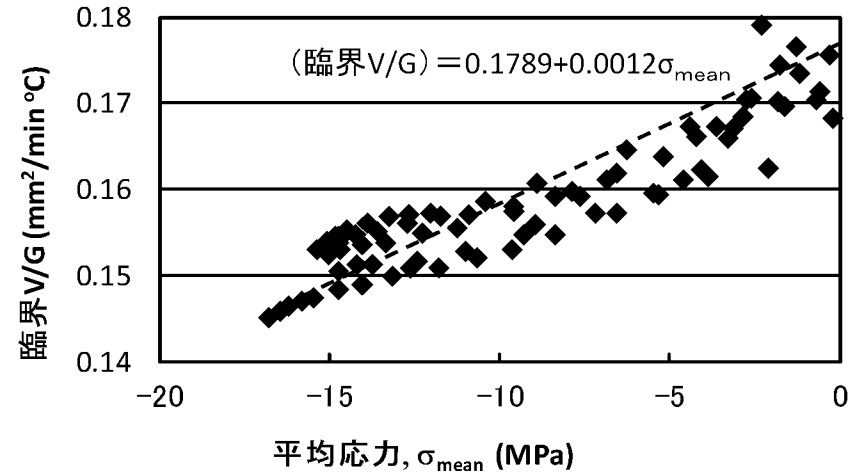
[図1]
FIG.1



[図2]
FIG.2

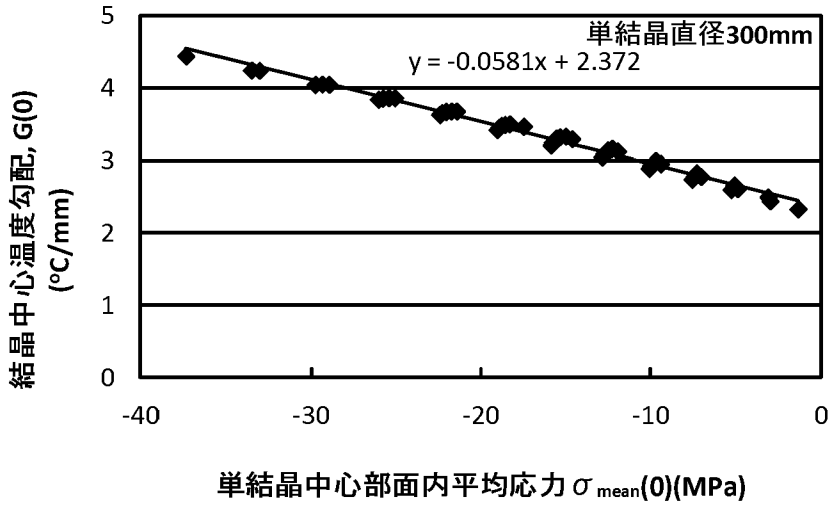


[図3]
FIG.3

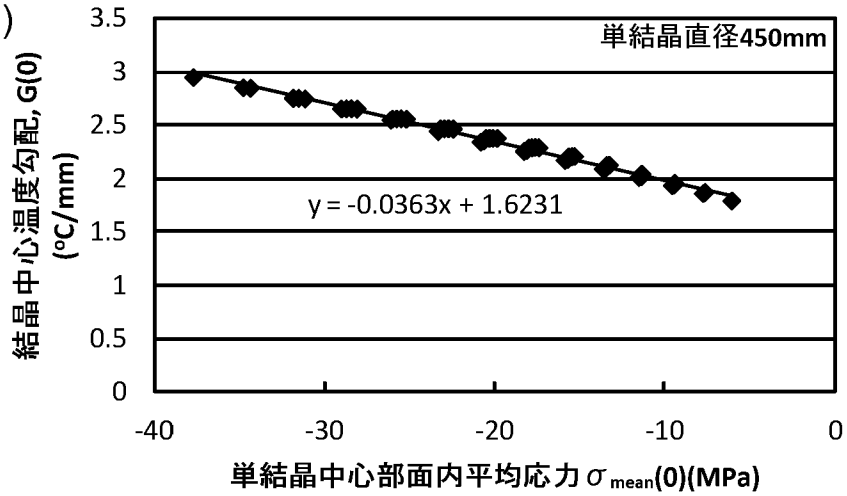


[図4]
FIG.4

(a)

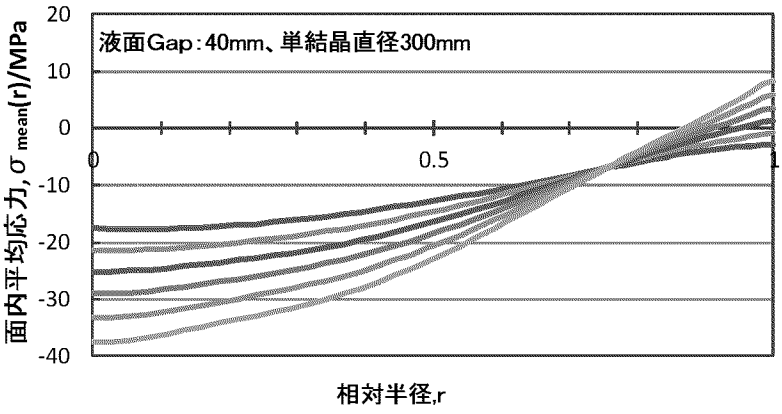


(b)

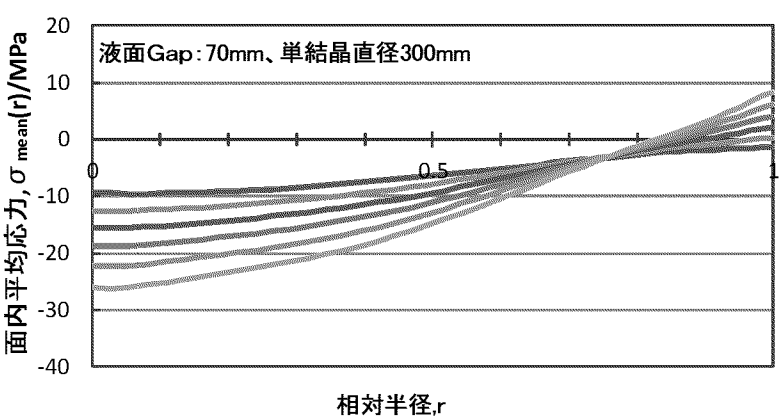


[図5]
FIG.5

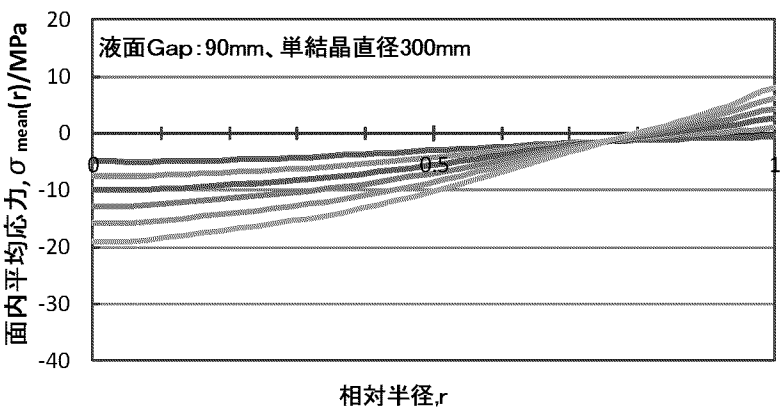
(a)


液面Gap：40mm、単結晶直径300mm
面内平均応力, σ mean(r)/MPa
20
10
0
-10
-20
-30
-40
0
0.5
1
相対半径,r

(b)

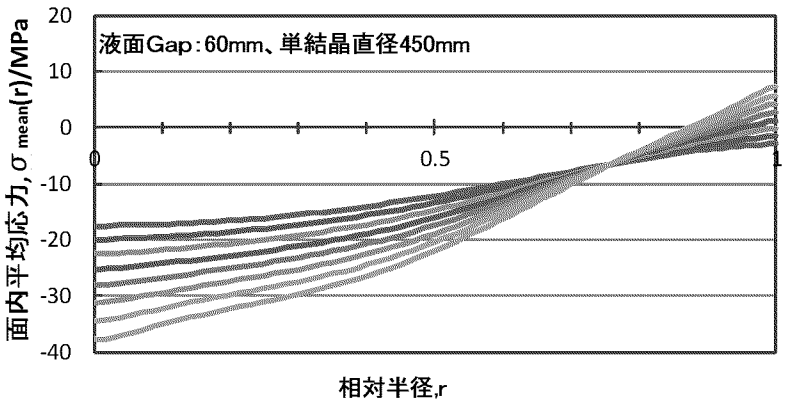

液面Gap：70mm、単結晶直径300mm
面内平均応力, σ mean(r)/MPa
20
10
0
-10
-20
-30
-40
0
0.5
1
相対半径,r

(c)

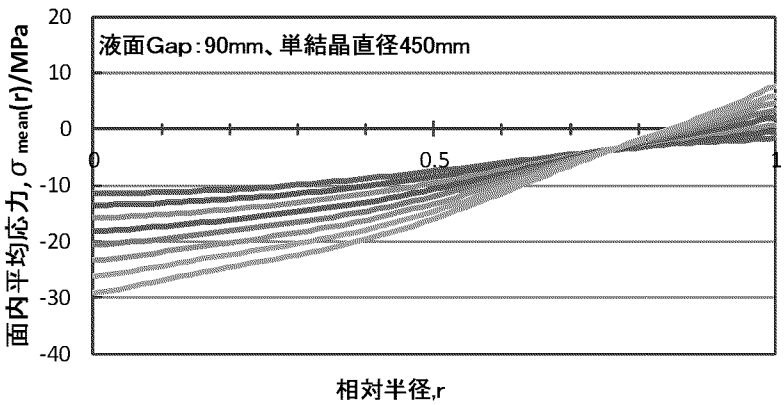

液面Gap：90mm、単結晶直径300mm
面内平均応力, σ mean(r)/MPa
20
10
0
-10
-20
-30
-40
0
0.5
1
相対半径,r

[図6]
FIG.6

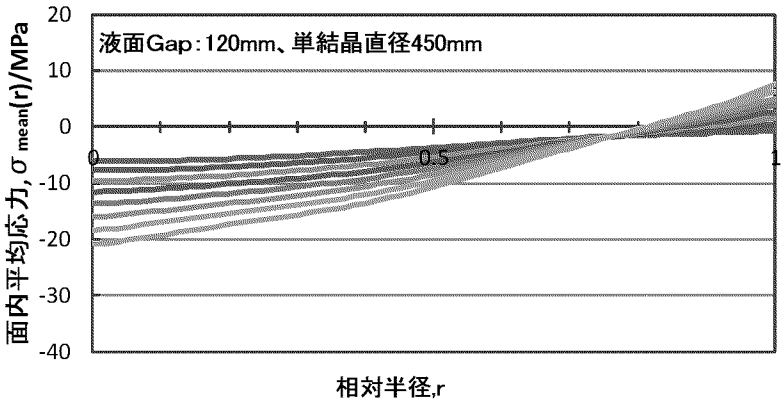
(a)


液面Gap：60mm、単結晶直径450mm
面内平均応力, σ mean(r)/MPa
20
10
0
-10
-20
-30
-40
0
0.5
1
相対半径,r

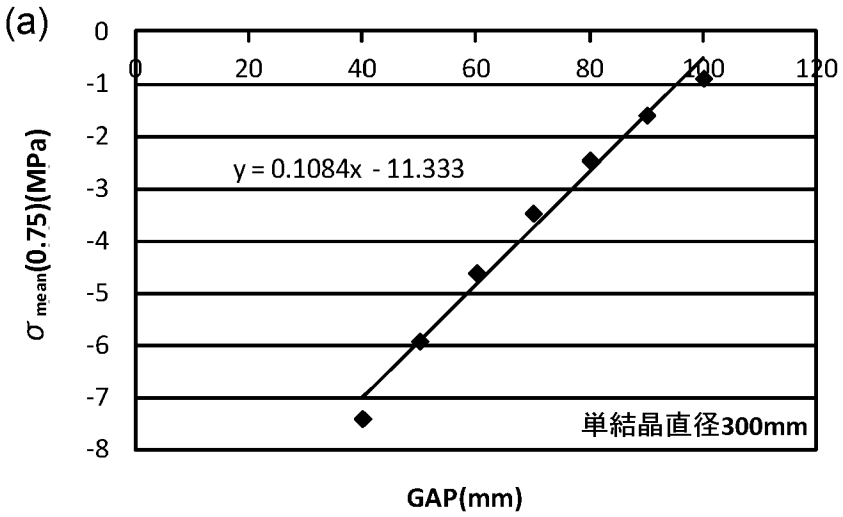
(b)

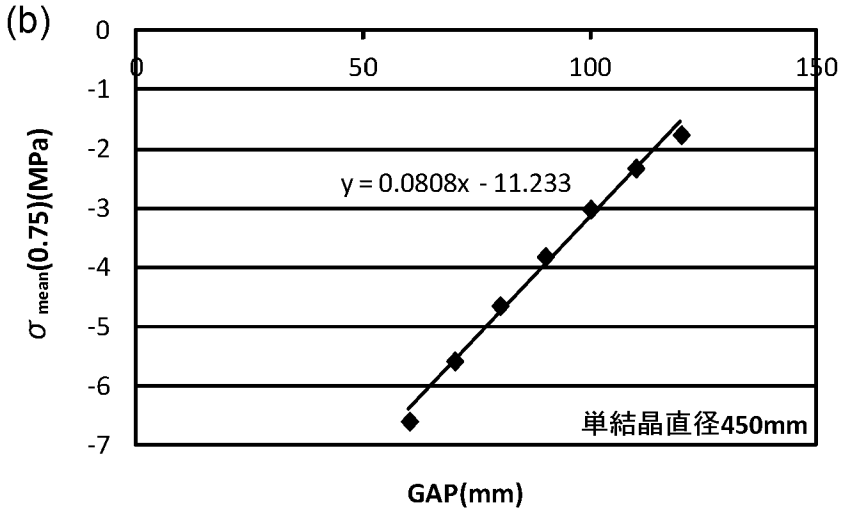

液面Gap：90mm、単結晶直径450mm
面内平均応力, σ mean(r)/MPa
20
10
0
-10
-20
-30
-40
0
0.5
1
相対半径,r

(c)

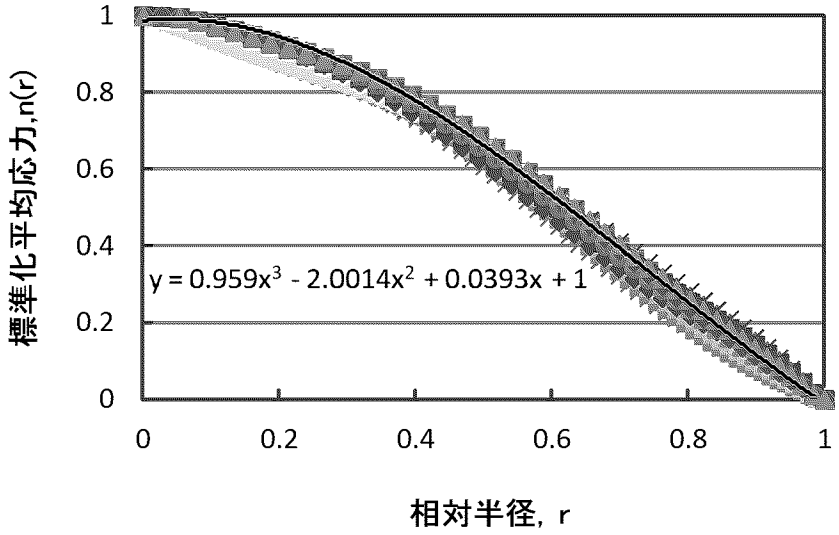

液面Gap：120mm、単結晶直径450mm
面内平均応力, σ mean(r)/MPa
20
10
0
-10
-20
-30
-40
0
0.5
1
相対半径,r

[図7]
FIG.7

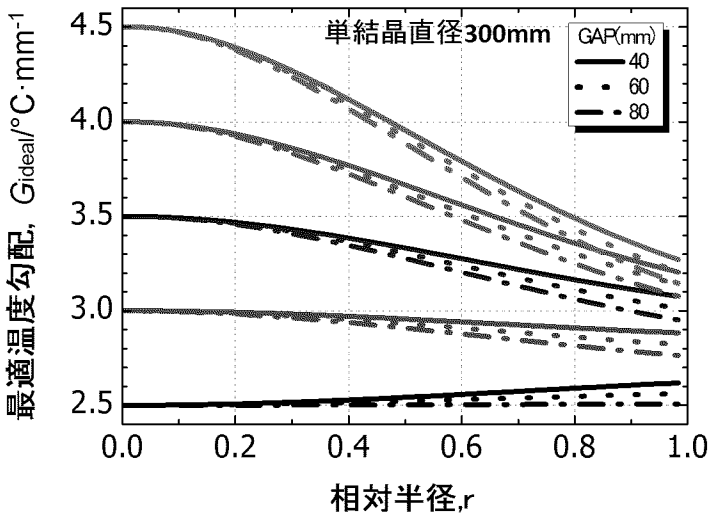




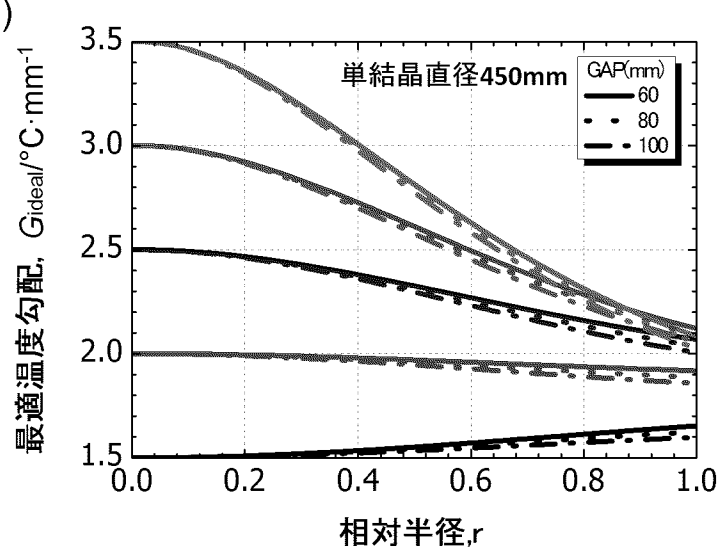
[図8]
FIG.8



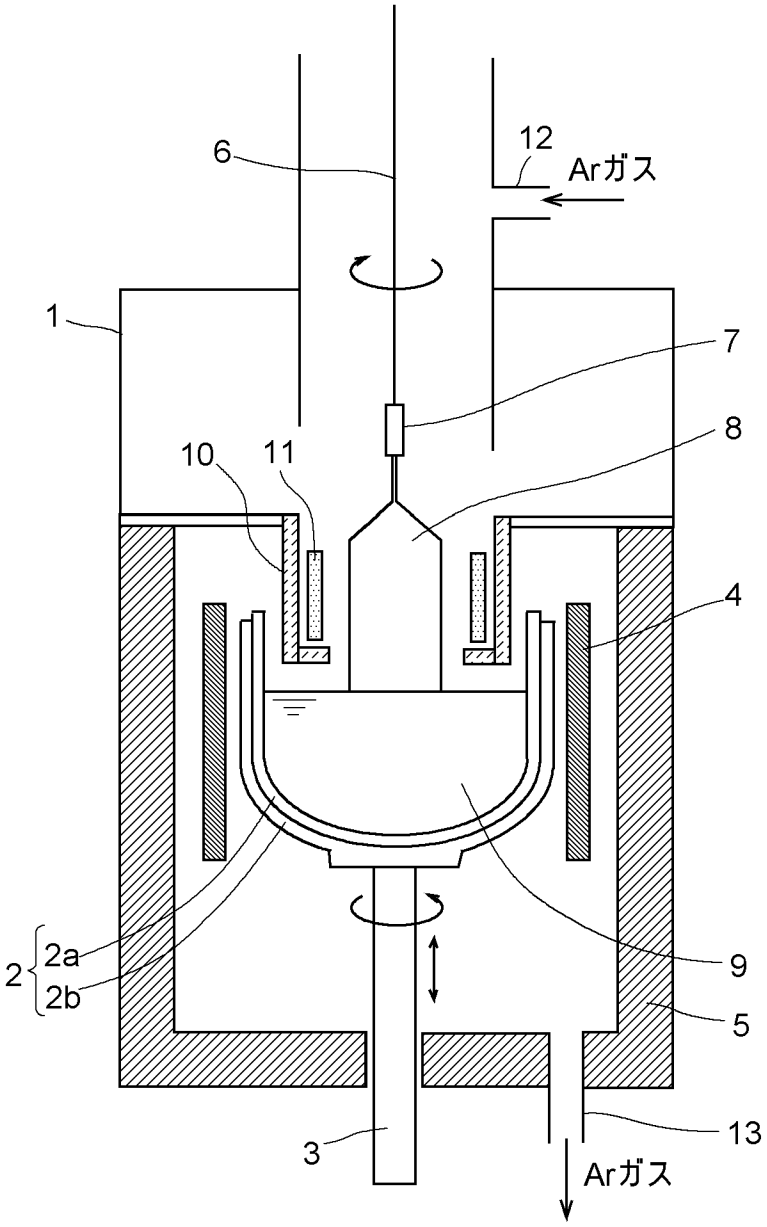
[図9]
FIG.9
(a)


単結晶直径300mm
GAP(mm)
40
60
80
最適温度勾配, Gideal/°C·mm-1
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
0.0
0.2
0.4
0.6
0.8
1.0
相対半径,r

(b)


単結晶直径450mm
GAP(mm)
60
80
100
最適温度勾配, Gideal/°C·mm-1
3.5
3.0
2.5
2.0
1.5
0.0
0.2
0.4
0.6
0.8
1.0
相対半径,r

[図10]
FIG.10



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2014/005723

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
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)
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	JP 2010-265151 A (SUMCO Corp.), 25 November 2010 (25.11.2010), paragraphs [0031] to [0074] (Family: none)	1-3 4
Y	JP 2010-275170 A (SUMCO Corp.), 09 December 2010 (09.12.2010), paragraphs [0020] to [0106] (Family: none)	4

☐ 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
09 February 2015 (09.02.15)	24 February 2015 (24.02.15)

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／ＪＰ２０１４／００５７２３

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　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.　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	JP 2010-265151 A（株式会社ＳＵＭＣＯ）2010.11.25, 【0031】～【0074】（ファミリーなし）	1-3
Y		4
Y	JP 2010-275170 A（株式会社ＳＵＭＣＯ）2010.12.09, 【0020】～【0106】（ファミリーなし）	4

☐　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
０９．０２．２０１５	２４．０２．２０１５

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　９０５５
今井　淳一
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４１６