

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6631460号
(P6631460)

(45) 発行日 令和2年1月15日 (2020.1.15)

(24) 登録日 令和1年12月20日 (2019.12.20)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 29/06 (2006.01)
 C 3 O B 29/06 5 O 2 H
 C 3 O B 29/06 5 O 2 G

請求項の数 8 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2016-195403 (P2016-195403)	(73) 特許権者	302006854
(22) 出願日	平成28年10月3日 (2016.10.3)		株式会社 S U M C O
(65) 公開番号	特開2018-58710 (P2018-58710A)		東京都港区芝浦一丁目2番1号
(43) 公開日	平成30年4月12日 (2018.4.12)	(74) 代理人	110000637
審査請求日	平成30年10月11日 (2018.10.11)		特許業務法人樹之下知的財産事務所
		(72) 発明者	鳴嶋 康人
			東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社
			S U M C O 内
		(72) 発明者	川添 真一
			東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社
			S U M C O 内
		(72) 発明者	小川 福生
			東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社
			S U M C O 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チャンバと、

このチャンバ内に配置された坩堝と、

前記坩堝を加熱することで、シリコン融液にドーパントが添加されたドーパント添加融液を生成する加熱部と、

種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チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、

前記シリコン単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程は、前記直胴部の径方向全域に発生する成長縞のうち、その外縁部が直胴部の外周部まで伸びずに別の成長縞で中断されている成長縞で構成され、かつ、育成方向の高さが $200\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が発生しないように、前記直胴部の形成開始時に前記坩堝を 9rpm 以上 30rpm 以下で回転させ、前記直胴部の形成開始直後に前記坩堝の回転速度を徐々に遅くし始め、前記直胴部が所定の長さとなるときに所定の回転速度となるように前記坩堝の回転速度を直線的、曲線的、あるいは段階的に遅くして前記直胴部を形成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のシリコン単結晶の製造方法において、

前記所定の回転速度を維持したまま前記直胴部の形成を継続することを特徴とするシリ

10

20

コン単結晶の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 または請求項 2 に記載のシリコン単結晶の製造方法において、
前記所定の長さは 50 mm 以上 200 mm 以下であり、前記所定の回転速度は 0.1 rpm 以上 7 rpm 以下であることを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 4】

請求項 1 乃至請求項 3 のいずれか 1 項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、
前記単結晶引き上げ装置は、前記ドーパント添加融液に磁場を印加する電磁コイルを備え、

前記直胴部形成工程は、前記直胴部を前記ドーパント添加融液に磁場を印加しながら形成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

10

【請求項 5】

請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、
前記直胴部形成工程は、前記ドーパントが砒素、設定直径が 300 mm、電気抵抗率が 1.6 mΩ・cm 以上 2.8 mΩ・cm 以下の前記直胴部を形成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、
前記直胴部形成工程は、前記ドーパントが赤リン、設定直径が 300 mm、電気抵抗率が 0.7 mΩ・cm 以上 1.5 mΩ・cm 以下の前記直胴部を形成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

20

【請求項 7】

請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、
前記直胴部形成工程は、前記ドーパントが砒素、設定直径が 200 mm、電気抵抗率が 1.4 mΩ・cm 以上 2.4 mΩ・cm 以下の前記直胴部を形成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【請求項 8】

請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、
前記直胴部形成工程は、前記ドーパントが赤リン、設定直径が 200 mm、電気抵抗率が 0.6 mΩ・cm 以上 1.2 mΩ・cm 以下の前記直胴部を形成することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、低電気抵抗率のシリコン単結晶が求められている。このようなシリコン単結晶の製造方法として n 型ドーパントを高濃度に添加する方法があるが、単結晶化が阻害される場合があり、この不具合を抑制する検討がなされている（例えば、特許文献 1 参照）。

40

【0003】

特許文献 1 には、ドーパントを大量に添加すると、凝固点降下度が非常に大きくなって組成的過冷却現象が生じ、この組成的過冷却が大きいと、結晶成長界面でシリコン成長面とは異なる異常成長（C e l l 成長）が始まり、この異常成長により単結晶化が阻害されると開示されている。

特許文献 1 の製造方法では、シリコン融液内の温度勾配を直接測定できない点に鑑み、その代わりに用いるシリコン単結晶側の温度勾配と、シリコン融液中のドーパント濃度と、引き上げ速度と、ドーパントの種類に応じた係数とが所定の関係を満たすように、シリコン単結晶を製造する。

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開2008-297167号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、シリコン単結晶を製造していると、結晶成長の早い段階で有転位化が発生して単結晶化が阻害される場合があり、特許文献1の方法を用いても、この不具合を抑制できないことがあった。

【0006】

本発明の目的は、品質が安定したシリコン単結晶を製造可能なシリコン単結晶の製造方法およびシリコン単結晶を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、以下の知見を得た。

シリコン単結晶の内部には、成長縞が発生する。この成長縞は、平面状ではなく、シリコン単結晶製造時の固液界面の形状に対応する曲面状、例えば中心が上方向に凹む曲面状に発生する。シリコン単結晶周囲のシリコン融液表面温度が安定している場合、成長縞の形状はほぼ同じになる。

しかし、シリコン融液表面には、このシリコン融液の対流に加え、パージガスによる抜熱やドーパント蒸発による気化熱など、温度が不安定になる要素が多い。シリコン融液表面温度が不安定になり固液界面に高温のシリコン融液が入り込むと、シリコン単結晶が溶かされ（リメルトが起こり）再度固化し、例えば中心が下方向に凹む曲面状の成長縞が発生する。その結果、図1に示すように、上方向に凹みかつ直胴部の径方向全域に発生した成長縞のうち最下部の成長縞P1と、この成長縞P1の下側に発生し下方向に凹む成長縞のうち最上部の成長縞P2との間、かつ、シリコン単結晶SMの直胴部の外周部に、リメルト成長領域Aが形成されることを知見した。特に、直胴部における肩部側の領域に、リメルト成長領域Aが形成されることを知見した。

そして、リメルト成長領域Aの発生状況と有転位化の発生状況との関係を調べたところ、高さの最大値H（以下、単に「高さ」と言う）が200μm以上のリメルト成長領域Aが発生している場合、直胴部に有転位化が発生していることを知見した。一方、高さHが200μm以上のリメルト成長領域Aが発生していない場合、直胴部全体に有転位化が発生していないことを知見した。

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。

【0008】

すなわち、本発明のシリコン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た坩堝と、前記坩堝を加熱することで、シリコン融液にドーパントが添加されたドーパント添加融液を生成する加熱部と、種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チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、前記シリコン単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程は、前記直胴部の径方向全域に発生する成長縞のうち、その外縁部が直胴部の外周部まで伸びずに別の成長縞で中断されている成長縞で構成され、かつ、育成方向の高さが200μm以上のリメルト成長領域が発生しないように、前記直胴部を形成することを特徴とする。

【0009】

本発明によれば、直胴部全体に有転位化が発生せず、品質が安定したシリコン単結晶を製造できる。

【0010】

本発明の他のシリコン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た坩堝と、この坩堝を加熱することで、シリコン融液に赤リンまたは砒素がドーパントとし

10

20

30

40

50

て添加されたドーパント添加融液を生成する加熱部と、種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チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、前記シリコン単結晶における設定直径が200mm以上の直胴部を形成する直胴部形成工程は、前記直胴部の形成開始時に前記坩堝を9rpm以上で回転させることを特徴とする。

【0011】

直胴部形成工程での一般的な坩堝の回転速度は0.1rpm以上7rpm以下だが、本発明によれば、直胴部の形成開始時に坩堝を上述のように比較的高速で回転させることで、シリコン融液の対流を抑制し、シリコン融液表面の温度変化を抑制できる。したがって、坩堝の回転速度を調整するだけで温度の不安定化によるリメルトを抑制でき、直胴部の肩部側（引き上げ方向上端側）の領域におけるリメルト成長領域Aの発生も抑制できる。その結果、直胴部全体に有転位化が発生せず、品質が安定したシリコン単結晶を製造できる。

10

【0012】

本発明のシリコン単結晶の製造方法において、前記直胴部形成工程は、前記直胴部の形成開始後における所定のタイミングから前記坩堝の回転速度を遅くすることが好ましい。

【0013】

直胴部形成工程全体において9rpm以上で坩堝を回転させると、直胴部における引き上げ方向上端側以外の領域で、直胴部の面内の酸素濃度分布や電気抵抗率分布などの悪化を招くおそれがある。

20

本発明によれば、直胴部形成工程開始後の所定のタイミングから坩堝の回転速度を遅くすることで、直胴部全体の有転位化に加えて、酸素濃度分布や電気抵抗率分布などの悪化を抑制できる。

【0014】

本発明のシリコン単結晶の製造方法において、前記直胴部形成工程は、前記ドーパントが砒素、設定直径が300mm、電気抵抗率が $1.6\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $2.8\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下の前記直胴部を形成することが好ましい。

また、本発明のシリコン単結晶の製造方法において、前記直胴部形成工程は、前記ドーパントが赤リン、設定直径が300mm、電気抵抗率が $0.7\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $1.5\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下の前記直胴部を形成することが好ましい。

30

【0015】

本発明のシリコン単結晶の製造方法において、前記単結晶引き上げ装置は、前記ドーパント添加融液に磁場を印加する電磁コイルを備え、前記直胴部形成工程は、前記直胴部を前記ドーパント添加融液に磁場を印加しながら形成することが好ましい。

【0016】

本発明によれば、ドーパント添加融液への磁場の印加でドーパント添加融液の自然対流を抑制することで、直胴部全体における有転位化抑制効果を高めることができる。

【0017】

本発明のシリコン単結晶は、砒素をドーパントとして含有する直胴部を備えたシリコン単結晶であって、直胴部の径方向全域に発生する成長縞のうち、その外縁部が直胴部の外周部まで伸びずに別の成長縞で中断されている成長縞で構成され、かつ、育成方向の高さが $200\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が0個であり、前記直胴部の設定直径は、200mmであり、前記直胴部の電気抵抗率は、 $1.4\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $2.4\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることを特徴とする。

40

本発明の他のシリコン単結晶は、砒素をドーパントとして含有する直胴部を備えたシリコン単結晶であって、直胴部の径方向全域に発生する成長縞のうち、その外縁部が直胴部の外周部まで伸びずに別の成長縞で中断されている成長縞で構成され、かつ、育成方向の高さが $200\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が0個であり、前記直胴部の設定直径は、300mmであり、前記直胴部の電気抵抗率は、 $1.6\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $2.8\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることを特徴とする。

50

【 0 0 1 8 】

本発明のさらに他のシリコン単結晶は、赤リンをドーパントとして含有する直胴部を備えたシリコン単結晶であって、直胴部の径方向全域に発生する成長縞のうち、その外縁部が直胴部の外周部まで伸びずに別の成長縞で中断されている成長縞で構成され、かつ、育成方向の高さが $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が 0 個であり、前記直胴部の設定直径は、 200 mm であり、前記直胴部の電気抵抗率は、 $0.6\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $1.2\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることを特徴とする。

本発明のさらに他のシリコン単結晶は、赤リンをドーパントとして含有する直胴部を備えたシリコン単結晶であって、直胴部の径方向全域に発生する成長縞のうち、その外縁部が直胴部の外周部まで伸びずに別の成長縞で中断されている成長縞で構成され、かつ、育成方向の高さが $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が 0 個であり、前記直胴部の設定直径は、 300 mm であり、前記直胴部の電気抵抗率は、 $0.7\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上 $1.5\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることを特徴とする。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 9 】

【図 1】リメルト成長領域の概略構成を示す図。

【図 2】本発明の一実施形態に係る単結晶引き上げ装置の構成を示す模式図。

【図 3】前記一実施形態の製造条件を示す図。

【図 4】本発明の実施例における実験 1 の製造条件を示す図。

【図 5】前記実施例における実験 2 のリメルト成長領域の高さとその個数との関係を示すグラフであり、比較例 1、実施例 1、2 の結果を表す。

【図 6】前記実験 2 のリメルト成長領域の高さとその個数との関係を示すグラフであり、比較例 3、実施例 6 の結果を表す。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 0 】

〔実施形態〕

以下、本発明の一実施形態について図面を参照して説明する。

〔単結晶引き上げ装置の構成〕

図 2 に示すように、単結晶引き上げ装置 1 は、CZ 法（チョクラルスキー法）に用いられる装置であって、引き上げ装置本体 2 と、制御部 3 とを備えている。

引き上げ装置本体 2 は、チャンバ 2 1 と、このチャンバ 2 1 内の中心部に配置された坩堝 2 2 と、この坩堝 2 2 を加熱する加熱部 2 3 と、断熱筒 2 4 と、引き上げ部としての引き上げケーブル 2 5 と、熱遮蔽体 2 6 とを備えている。

【 0 0 2 1 】

チャンバ 2 1 の上部には、Ar ガスなどの不活性ガスをチャンバ 2 1 内に導入するガス導入口 2 1 A が設けられている。チャンバ 2 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 2 1 内の気体を排出するガス排気口 2 1 B が設けられている。

チャンバ 2 1 内には、制御部 3 の制御により、チャンバ 2 1 上部のガス導入口 2 1 A から、不活性ガスが所定のガス流量で導入される。そして、導入されたガスが、チャンバ 2 1 下部のガス排気口 2 1 B から排出されることで、不活性ガスがチャンバ 2 1 内の上方から下方に向かって流れる構成となっている。

チャンバ 2 1 内の圧力（炉内圧）は、制御部 3 により制御可能となっている。

【 0 0 2 2 】

坩堝 2 2 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 M とするものである。坩堝 2 2 は、所定の速度で回転および昇降が可能な支持軸 2 7 に支持されている。坩堝 2 2 は、有底円筒形状の石英坩堝 2 2 1 と、この石英坩堝 2 2 1 を収納する炭素素材製の支持坩堝 2 2 2 とを備えている。

【 0 0 2 3 】

加熱部 2 3 は、坩堝 2 2 の周囲に配置されており、坩堝 2 2 内のシリコンを融解する。加熱部 2 3 は、坩堝 2 2 の側面の上部を加熱する上加熱部 2 3 1 と、上加熱部 2 3 1 の下

10

20

30

40

50

方に配置され、坩堝 22 の側面の下部を加熱する下加熱部 232 とを備えている。

断熱筒 24 は、坩堝 22 および加熱部 23 を取り囲むように配置されている。

引き上げケーブル 25 は、一端が、坩堝 22 上方に配置された図示しない引き上げ駆動部に接続され、他端に、種結晶 SC が取り付けられる。引き上げケーブル 25 は、制御部 3 による引き上げ駆動部の制御により、所定の速度で昇降するとともに、当該引き上げケーブル 25 の軸を中心にして回転する。

熱遮蔽体 26 は、加熱部 23 から上方に向かって放射される輻射熱を遮断する。

【0024】

制御部 3 は、メモリ 31 に記憶された情報や作業者の設定入力などに基づいて、チャンバ 21 内のガス流量や炉内圧、加熱部 23 による坩堝 22 の加熱温度、坩堝 22 やシリコン単結晶 SM の回転数などを制御して、シリコン単結晶 SM を製造する。

【0025】

〔シリコン単結晶の製造方法〕

次に、シリコン単結晶 SM の製造方法について説明する。

なお、本実施形態では、直胴部の設定直径 R が 200 mm のシリコン単結晶 SM を製造する場合を例示するが、300 mm、450 mm など、他の設定直径のシリコン単結晶 SM を製造してもよい。

【0026】

まず、単結晶引き上げ装置 1 の制御部 3 は、シリコン単結晶 SM の製造条件、例えば電気抵抗率、酸素濃度、Ar 流量、炉内圧、坩堝 22 やシリコン単結晶 SM の回転数、上加熱部 231 と下加熱部 232 との加熱比などを設定する。製造条件は、作業者が入力したものであってもよいし、作業者が入力した目標の酸素濃度などに基づき制御部 3 が演算して求めたものであってもよい。

電気抵抗率は、ドーパントが砒素の場合、 $1.4 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $2.4 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることが好ましく、ドーパントが赤リンの場合、 $0.6 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $1.2 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることが好ましい。

なお、直胴部の設定直径 R が 300 mm の場合、ドーパントが砒素のときには、 $1.6 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $2.8 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることが好ましく、ドーパントが赤リンの場合、 $0.7 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上 $1.5 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることが好ましい。

また、本実施形態では、シリコン単結晶 SM の全製造工程において加熱比を 1、すなわち坩堝 22 の上部と下部との加熱量が同じになるように設定するが、1 以上 4 以下のいずれの値に設定してもよい。加熱比が 1 未満だと、すなわち下部の加熱量が上部よりも小さいと、坩堝 22 の底から固液界面下に向かう対流が強くならず、ドーパント添加融液 MD 表面から結晶に向かう液温が不安定な対流を弱くできないため、温度の不安定化による有転位化を抑制できないからである。一方、4 を超えると、坩堝 22 下部の熱負荷が大きくなり、坩堝 22 の変形や石英の剥離が生じるおそれがあるからである。

【0027】

次に、制御部 3 は、加熱比の設定値に基づき上加熱部 231 および下加熱部 232 を制御し、坩堝 22 を加熱することで、当該坩堝 22 内のポリシリコン素材（シリコン原料）およびドーパントを融解させ、ドーパント添加融液 MD を生成する。その後、制御部 3 は、ガス導入口 21A からチャンバ 21 内に Ar ガスを所定の流量で導入するとともに、チャンバ 21 内の圧力を減圧して、チャンバ 21 内を減圧下の不活性雰囲気に維持する。

その後、制御部 3 は、ネック部形成工程と、肩部形成工程と、直胴部形成工程と、テール部形成工程とを行う。

【0028】

ネック部形成工程では、制御部 3 は、引き上げケーブル 25 を下降させることで種結晶 SC をドーパント添加融液 MD に浸漬して、坩堝 22 および引き上げケーブル 25 を所定の方向に回転させながら引き上げケーブル 25 を引き上げ、ネック部 SM1 を形成する。なお、ネック部形成工程での坩堝 22 の回転速度は、肩部形成工程初期と同じであることが好ましい。

10

20

30

40

50

【0029】

肩部形成工程では、引き上げケーブル25をさらに引き上げ、肩部SM2を形成する。なお、肩部形成工程終了時における坩堝22の回転速度は、直胴部形成工程開始時と同じであることが好ましい。

【0030】

直胴部形成工程では、直胴部SM3に図1に示すような高さHが200 μ m以上のリメルト成長領域Aが発生しないように、直胴部SM3を形成する。具体的には、制御部3は、図3に示すように、 $Sr1$ ($Sr1 = 9\text{rpm}$) の回転速度で坩堝22を回転させながら、引き上げケーブル25を引き上げる。 $Sr1$ は、9rpm以上であればよいが、30rpm以下にすることが好ましい。30rpmを超えると、単結晶引き上げ装置1の稼動が安定しないうえ、直胴部SM3が変形するからである。なお、図3, 4の横軸は、直胴部SM3の長さを示し、長さが0mmの位置が直胴部SM3の上端に対応する。

10

【0031】

そして、直胴部形成工程開始直後に、回転速度を徐々に遅くし始める。この際、直胴部SM3の長さL1となるとときに、直胴部の形成に適切な $Sr2$ となるように、回転速度を直線的に遅くする。

その後、回転速度を $Sr2$ に維持したまま直胴部SM3の形成を継続し、直胴部形成工程終了後、テール部形成工程を行い、シリコン単結晶SMの製造が終了する。

なお、L1は、50mm以上200mm以下にすることが好ましい。50mm未満の場合、プロセスの変化量が大きくなり有転位化のリスクが増加するおそれがある。一方、200mmを超えると、直胴部の狙ったプロセスにならない区間が増加し、その分狙った品質から外れるリスクが増加するおそれがある。

20

また、 $Sr2$ は、0.1rpm以上7rpm以下にすることが好ましい。0.1rpm未満だと、ドーパント添加融液MDが安定せず有転位化の原因となり、7rpmを超えると、シリコン単結晶SM面内の酸素濃度や電気抵抗率のばらつきが大きくなり、結晶品質が安定しないからである。

【0032】

[実施形態の作用効果]

上記実施形態では、高さHが200 μ m以上のリメルト成長領域Aが直胴部SM3に発生しないように直胴部形成工程を行うため、直胴部SM3全体の有転位化発生を抑制できる。したがって、品質が安定したシリコン単結晶SMを製造できる。

30

また、直胴部形成工程開始時の坩堝22の回転速度を9rpm以上にするだけの簡単な方法で、有転位化が抑制されたシリコン単結晶を製造できる。

また、直胴部形成工程後の所定のタイミングから回転速度を徐々に遅くするため、直胴部の有転位化に加えて、酸素濃度分布や電気抵抗率分布などの悪化を抑制できる。

【0033】

[変形例]

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り、その他、本発明の実施の際の具体的な手順、及び構造などは本発明の目的を達成できる範囲で他の構造などとしてもよい。

40

【0034】

例えば、直胴部の設定直径Rの大きさにかかわらず、MCZ（磁場印加チョクラルスキー）法を用いて、上記実施形態と同様のプロセスでシリコン単結晶SMを製造してもよい。この場合、図2に二点鎖線で示すように、チャンバ21の外側において坩堝22を挟んで対向するように一对の電磁コイル28を配置し、水平方向の横磁場でシリコン融液Mの自然対流を抑制すればよい。MCZ法を用いる場合、磁束密度は、0.1T以上0.4T以下にすることが好ましい。0.1T未満の場合、シリコン融液Mの対流抑制効果が低くなるため磁場印加の効果を発揮できず、0.4Tを超える場合、装置的な限界によりこのような大きさの磁場を印加できないおそれがある。

50

【 0 0 3 5 】

直胴部形成工程開始直後に、回転速度を徐々に遅くし始めたが、直胴部形成工程の開始から所定期間、回転速度を $Sr1$ で維持し、その後、徐々に遅くてもよい。

坩堝 22 の回転速度を小さくする方法として、直線的に減少させる事例を示したが、減少の仕方はこれに限定されるものではない。例えば曲線状や段階的に減少させる方法を用いてもよい。

【実施例】

【 0 0 3 6 】

次に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなら限定されるものではない。

10

【 0 0 3 7 】

[実験 1 : 坩堝の回転速度と有転位化との関係]

[シリコン単結晶の製造方法]

{ 比較例 1、実施例 1 ~ 3 }

比較例 1 では、図 4 および表 1 に示すように、肩部形成工程を行った後、直胴部形成工程全体において、6 rpm で坩堝を回転させながらケーブルを引き上げ、直胴部を形成した。その後、テール部形成工程を行った。

実施例 1 では、直胴部形成工程開始時に 9 rpm で坩堝を回転させながらケーブルを引き上げ、その後、回転速度を徐々に遅くし、直胴部の長さが 100 mm となるとときに 6 rpm にした。その後、直胴部形成工程が終了するまで 6 rpm の回転速度を維持してから

20

、比較例 1 と同じ条件でテール部形成工程を行った。
実施例 2、3 では、実施例 1 における 9 rpm で坩堝を回転させていた期間に、それぞれ 11 rpm、22 rpm で坩堝を回転させたこと以外は、実施例 1 と同じ条件でシリコン単結晶を製造した。

なお、肩部形成工程を、当該肩部形成工程終了時の回転速度が直胴部形成工程開始時と同じ（比較例 1、実施例 1、2、3 でそれぞれ 6 rpm、9 rpm、11 rpm、22 rpm）になるようにして行った。

【 0 0 3 8 】

そして、比較例 1、実施例 1 ~ 3 で製造したシリコン単結晶の直胴部に、有転位化が発生しているか否かを観察した。

30

直胴部の設定直径、ドーパント、引き上げ回数（トライ回数）、各トライにおける直胴部上端での狙いの電気抵抗率（各トライにおける狙いの抵抗率）、有転位化が発生した回数（有転位化回数）、有転位化の発生率（有転位化率 = 有転位化回数 / トライ回数）を表 1 に示す。

【 0 0 3 9 】

【表 1】

		比較例1	実施例1	実施例2	実施例3
直胴部の設定直径		200mm			
ドーパント		砒素			
坩堝回転速度 (rpm)		6→6	9→6	11→6	22→6
トライ回数		5	4	2	3
狙いの抵抗率 ($m\Omega \cdot cm$)	トライ1	2.0	2.4	2.1	2.0
	トライ2	1.8	1.8	1.6	2.1
	トライ3	2.4	2.0	—	1.4
	トライ4	2.1	2.3	—	—
	トライ5	2.2	—	—	—
有転位化回数		4	0	0	0
有転位化率		80%	0%	0%	0%

10

【0040】

{ 比較例 2 ~ 4、実施例 4 ~ 9 }

比較例 2 では、図 4 および表 2 に示すように、ドーパントを赤リンにしたこと以外は、比較例 1 と同じ条件でシリコン単結晶を製造した。

20

比較例 3、4 では、図 4 および表 3、4 に示すように、直胴部の設定直径を 300mm にしたこと以外は、それぞれ比較例 1、2 と同じ条件でシリコン単結晶を製造した。

実施例 4、5 では、坩堝の回転速度を実施例 1、3 とそれぞれ同じにしたこと以外は、比較例 2 と同じ条件でシリコン単結晶を製造した。

実施例 6、7 では、坩堝の回転速度を実施例 1、2 とそれぞれ同じにしたこと以外は、比較例 3 と同じ条件でシリコン単結晶を製造した。

実施例 8、9 では、坩堝の回転速度を実施例 2、3 とそれぞれ同じにしたこと以外は、比較例 4 と同じ条件でシリコン単結晶を製造した。

比較例 2 ~ 4、実施例 4 ~ 9 のトライ回数、各トライにおける狙いの抵抗率、有転位化回数、有転位化率を表 2 ~ 4 に示す。

30

【0041】

【表 2】

		比較例2	実施例4	実施例5
直胴部の設定直径		200mm		
ドーパント		赤リン		
坩堝回転速度 (rpm)		6→6	9→6	22→6
トライ回数		3	2	2
狙いの抵抗率 ($m\Omega \cdot cm$)	トライ1	1.0	1.2	0.9
	トライ2	0.9	0.7	0.6
	トライ3	0.8	—	—
有転位化回数		2	0	0
有転位化率		67%	0%	0%

40

【0042】

【表 3】

		比較例3	実施例6	実施例7
直胴部の設定直径		300mm		
ドーパント		砒素		
坩堝回転速度 (rpm)		6→6	9→6	11→6
トライ回数		4	4	3
狙いの抵抗率 ($m\Omega \cdot cm$)	トライ1	2.3	2.8	2.2
	トライ2	2.6	2.2	2.0
	トライ3	2.0	1.8	1.6
	トライ4	2.2	2.2	—
有転位化回数		3	0	0
有転位化率		75%	0%	0%

10

【 0 0 4 3 】

【表 4】

		比較例4	実施例8	実施例9
直胴部の設定直径		300mm		
ドーパント		赤リン		
坩堝回転速度 (rpm)		6→6	11→6	22→6
トライ回数		3	4	2
狙いの抵抗率 ($m\Omega \cdot cm$)	トライ1	1.3	1.5	1.0
	トライ2	1.0	0.8	0.7
	トライ3	1.1	1.0	—
	トライ4	—	1.2	—
有転位化回数		2	0	0
有転位化率		67%	0%	0%

20

30

【 0 0 4 4 】

〔 評価 〕

表 1 ～ 4 に示すように、比較例 1 ～ 4 ではシリコン単結晶に有転位化が発生する場合があったが、実施例 1 ～ 9 ではいずれの部位にも有転位化が発生しなかった。このことから、直胴部の形成開始時に坩堝を 9 r p m 以上の速度で回転させることにより、直胴部全体に有転位化が発生しないシリコン単結晶を製造できることが確認できた。

【 0 0 4 5 】

40

また、表 1 , 2 の結果から、直胴部の設定直径が 2 0 0 m m のシリコン単結晶を製造する場合、ドーパントが砒素のときには、直胴部上端における狙いの電気抵抗率を 1 . 4 m $\Omega \cdot cm$ 以上 2 . 4 m $\Omega \cdot cm$ 以下に設定し、赤リンのときには 0 . 6 m $\Omega \cdot cm$ 以上 1 . 2 m $\Omega \cdot cm$ 以下に設定すればよいことが確認できた。

さらに、表 3 , 4 の結果から、直胴部の設定直径が 3 0 0 m m のシリコン単結晶を製造する場合、ドーパントが砒素のときには、狙いの電気抵抗率を 1 . 6 m $\Omega \cdot cm$ 以上 2 . 8 m $\Omega \cdot cm$ 以下に設定し、赤リンのときには 0 . 7 m $\Omega \cdot cm$ 以上 1 . 5 m $\Omega \cdot cm$ 以下に設定すればよいことが確認できた。

【 0 0 4 6 】

〔 実験 2 : 有転位化とリメルト成長領域の高さとの関係 〕

50

有転位化が発生している比較例 1 , 3 のシリコン単結晶の径方向中心を上下方向に切断し、その直胴部断面の X 線観察を行い、リメルト成長領域の個数と高さを評価した。同様の評価を有転位化が発生していない実施例 1 , 2 , 6 のシリコン単結晶に対しても行った。比較例 1、実施例 1 , 2 の結果を図 5 に、比較例 3、実施例 6 の結果を図 6 に示す。
【 0 0 4 7 】

図 5 , 6 に示すように、実施例 1 , 2 , 6 の直胴部には、高さが $200\text{ }\mu\text{m}$ 未満のリメルト成長領域が存在するものの、 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のものが存在しなかった。一方、比較例 1 , 3 の直胴部には、 $200\text{ }\mu\text{m}$ 未満のリメルト成長領域に加え、 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のものも存在していた。また、実施例 3 ~ 5 , 7 ~ 9 のシリコン単結晶には有転位化が発生していないことから、これらの直胴部には、高さが $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が存在していないと推定できる。また、比較例 2 のシリコン単結晶には有転位化が発生していることから、この直胴部には、高さが $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が存在すると推定できる。

10

このことから、高さが $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上のリメルト成長領域が直胴部に発生していないように、直胴部形成工程を行うことで、有転位化が発生しないシリコン単結晶を製造できることが確認できた。

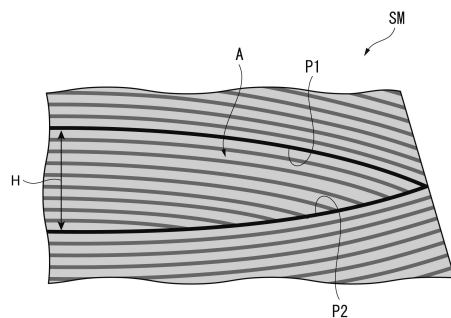
【符号の説明】

【 0 0 4 8 】

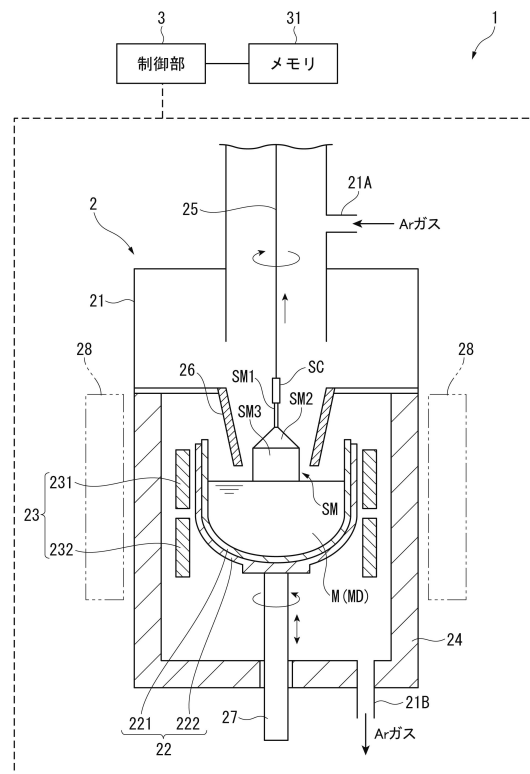
1 ... 単結晶引き上げ装置、21 ... チャンバ、22 ... 坩堝、23 ... 加熱部、25 ... 引き上げケーブル（引き上げ部）、28 ... 電磁コイル、M ... シリコン融液、MD ... ドーパント添加融液、SC ... 種結晶、SM ... シリコン単結晶、SM3 ... 直胴部。

20

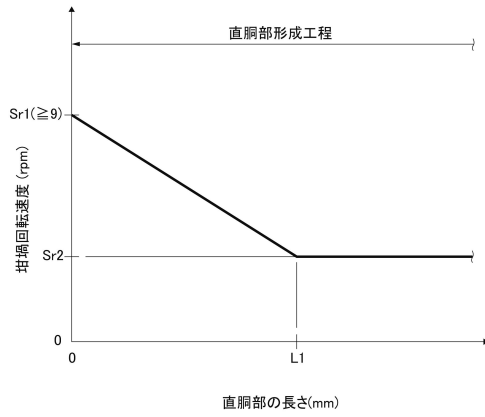
【図 1】



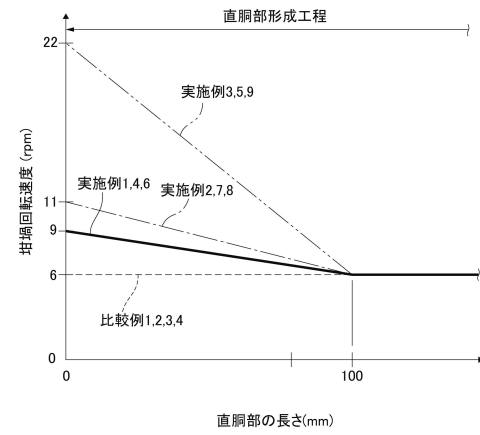
【図 2】



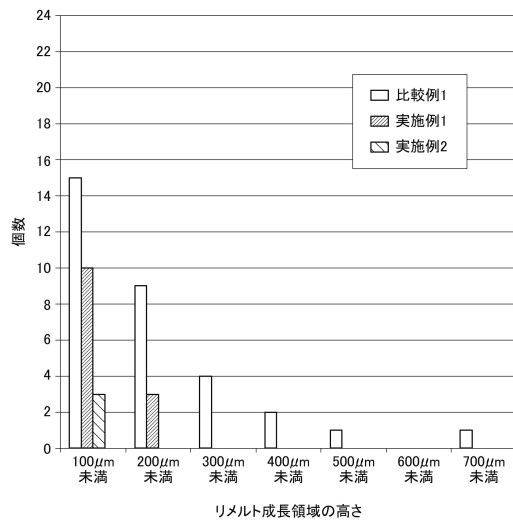
【図 3】



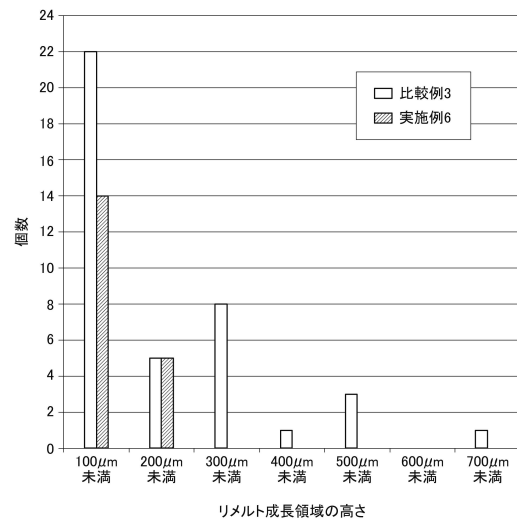
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

審査官 井上 政志

(56)参考文献 特開 2 0 0 1 - 1 3 9 3 9 8 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 0 / 0 2 1 2 7 2 (W O , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 3 0 B 1 / 0 0 - 3 5 / 0 0