

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004 年 11 月 25 日 (25.11.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/101868 A1

- (51) 国際特許分類: C30B 29/06, 15/20 (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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/006003
- (22) 国際出願日: 2004 年 4 月 26 日 (26.04.2004)
- (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2003-135085 2003 年 5 月 13 日 (13.05.2003) JP (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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000005 東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 飯田 誠 (HIDA, Makoto) [JP/JP]; 〒3790196 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒1110041 東京都台東区元浅草 2 丁目 6 番 4 号上野三生ビル 4 F Tokyo (JP).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL AND SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: 単結晶の製造方法及び単結晶

(57) Abstract: A method for producing single crystal through pulling up a seed crystal from a raw material melt by the Czochralski method, characterized in that, when the speed of pulling up the single crystal is represented by V (mm/min), the temperature gradient at a solid-liquid interface is represented by G (K/mm), and the maximum temperature at an interface of a crucible and the raw material melt is represented by T_{max} (°C), it comprises determining the range of a V/G value (mm²/K min) having a desired defect zone and/or a desired non-defect zone, and pulling up the single crystal while controlling the value of V/G (mm²/K min) in the range thus determined. The method allows more accurate determination of a V/G value having a desired defect zone and/or a desired non-defect zone in pulling up a single crystal while controlling a value of V/G, which results in the pull-up of a single crystal having a desired quality with enhanced reliability.

(57) 要約: 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} (°C) とした時、少なくとも T_{max} (°C) 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である。これにより、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ることができる単結晶の製造方法を提供することができる。

WO 2004/101868 A1

明 細 書

単結晶の製造方法及び単結晶

5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー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。

背景技術

- 10 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ー法（C z o c h r a l s k i M e t h o d、以下C Z法と略称する）により製造されている。

- 15 C Z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熔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が接続されており、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。

- 20 メインチャンバー2内には、熔融された原料融液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。

- 25 そして、ルツボ7、8を囲繞するように、原料を熔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。

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 1 3 の外側下端に原料融液 6 と対向するように断熱材 1 4 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。

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 1 0 により加熱し、石英ルツボ 7 内の多結晶原料を熔融させる。このように多結晶原料を熔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ー 1 5 で固定された種結晶 1 6 を着液させ、その後、種結晶 1 6 を回転させながら引上げることにより、種結晶 1 6 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 1 6 を原料融液 6 に着液させた後に、直径を 3 m m 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。

このような C Z 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。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入される G r o w n - i n 結晶欠陥の問題がより重要となっている。

ここで、G r o w n - i n 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 F P D (F l o w P a t t e r n D e f e c t) や C O P (C r y s t a l O r i g i n a t e d P a r t i c l e) 等の G r o w n - i n 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 (V a c a n c y) 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 O S F (酸化誘起積層欠陥、O x i d a t i o n I n d u c e d S t a c k i n g F a u l t) 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、O S F 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 L S E P D (L a r g e S e c c o E t c h P i t D e f e c t)、L F P D (L a r g e F l o w P a t t e r n D e f e c t) 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。

近年、V領域とI領域の間で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N_v領域 (空孔の多い領域) とI領域に隣接するN_i領域 (格子間シリコンが多い領域) とがあり、N_v領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、N_i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N_v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。

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と考えられている (例えば、V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625~643参照。)。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。

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 (例えば、特開平11-147786号公報参照。)、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 (例えば、特開2000-44388号公報参照。) 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、特開平11-349394号公報参照。) 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、特開2002-57160号公報参照。) 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。

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。

発明の開示

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ること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。

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Tmax（℃）とした時、少なくともTmax（℃）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とを特徴とする単結晶の製造方法を提供する。

このように、少なくともTmax（℃）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ることができる。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。

- 5 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 0~2 cm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。

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

10

このように、V/G値 (mm²/K・min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 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。

15

より好ましくは、V/G値 (mm²/K・min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.37$ 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。

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

このように、前記V/G値 (mm²/K・min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 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。

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

このように、V/G値 (mm²/K・min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.35$ 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。

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

- 5 このように、T_{max} (°C)を、1560°C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る。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る。

- 10 この場合、前記T_{max} (°C)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。

- 15 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} (°C)を、所望温度に変更することができる。

この場合、前記単結晶をシリコンとすることができる。

- 20 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。

この場合、前記単結晶の直径を200mm以上とすることができる。

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。

- 25 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。

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

図 1 は、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。

5 図 2 は、通常の単結晶製造装置の概略断面図である。

図 3 は、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、

10 (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 は、 N_v 領域と N_i 領域の境界の V/G 値と T_{max} (°C) の関係を示すグラフである。

図 5 は、成長速度と結晶の欠陥分布を示す説明図である。

図 6 は、 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
15 フである。

発明を実施するための最良の形態

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。

20 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
25 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ことに想到し、本発明を完成させた。

すなわち、本発明は、チョコ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 $\sim 1400^{\circ}\text{C}$ ）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} ($^{\circ}\text{C}$) とした時、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の値を結晶の径方向ほぼ全域（外周辺 $0 \sim 2 \text{ cm}$ 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。

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} ($^{\circ}\text{C}$) を用いる。この T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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。

ここで、図 4 は、 N_v 領域と N_i 領域の境界の V/G 値と T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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} ($^{\circ}\text{C}$) 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} ($^{\circ}\text{C}$) による補正が必要である。

したがって、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) 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 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) 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。

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 デポ欠陥領域のない N 領域となる V/G 値と T_{max} の範囲を示すグラフである。

図 3 (a) から明らかなように、 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 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 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.37$ 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。

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、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 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。

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、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、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。

また、図 3 (a) ~ (c) を見て判るように、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、 1560°C 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る。例えば、図 3 (a) 及び図 3 (c) から、 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を 1560°C 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。

尚、ルツボと原料融液の界面での最高温度 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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。

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 5 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 10 設することにより T_{max} (°C) を所望範囲に変更することができる。

また、 T_{max} (°C) 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、 T_{max} (°C) 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 15 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、 T_{max} (°C) 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。

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 20 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 値を正確に予想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。

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っている直径 200 mm 以上の単結晶を製造するのに、特に有効で 25 ある。

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。

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 600 mm（24 インチ））を用いて、直径 8 インチ（200 mm）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、まず、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 T_{max} （℃）を、1514℃に設定した。このように設定した 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（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）の範囲を、0.21 以上 0.25 以下（ $-0.000724 \times 1514 + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times 1514 + 1.35$ 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（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）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（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）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、2.337 K/mm であったため、引上げ速度 V を 0.51 mm/min 以上 0.56 mm/min 以下の範囲に制御して引上げた。

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。

20

(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（200 mm）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 T_{max} （℃）を変更するための断熱材を設けなかった。

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 1560℃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（ $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ ）の範囲を、0.18 以上 0.22 以下（ $-0.000724 \times 1560 + 1.31$ 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
5 制御して単結晶を上げた。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、上げ速度Vを0.48mm/min以上0.53mm/min以下の範囲に制御して上げた。

このようにして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。

10

(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(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領域となるように上げることとした。

15

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1600℃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、0.15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上げるために、V/G値(mm²/K・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(mm²/K・min)の範囲に制御して単結晶を上げた。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、上げ速度Vを0.
20 43mm/min以上0.48mm/min以下の範囲に制御して上げた。

25

このようにして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。

(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 (200 mm) 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。

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} (°C) が 1514 °C であった。この T_{max} (°C) 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 ($-0.000724 \times 1514 + 1.38$ 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 ($-0.000724 \times 1514 + 3.0$ 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、4.07 K/mm であったため、引上げ速度 V を 1.18 mm/min 以上 1.26 mm/min 以下の範囲に制御して引上げた。

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。

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} (°C) 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} (°C) 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。

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。

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。

請 求 の 範 囲

1. 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} ($^{\circ}\text{C}$) とした時、少なくとも T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) の範囲を決定し、その決定した範囲に V/G ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) 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。

10

2. 前記 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 未満の範囲に制御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。

15

3. 前記 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 以上の範囲に制御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。

20

4. 前記 V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$) を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御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。

5. 前記 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) を、 1560°C 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 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。

25

6. 前記 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$) 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 乃至請求項 5 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。

7. 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 6 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。

5 8. 前記単結晶の直径を 200 mm 以上とすることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 7 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。

9. 請求項 1 乃至請求項 8 のいずれか 1 項に記載の方法で製造された単結晶。

図 1

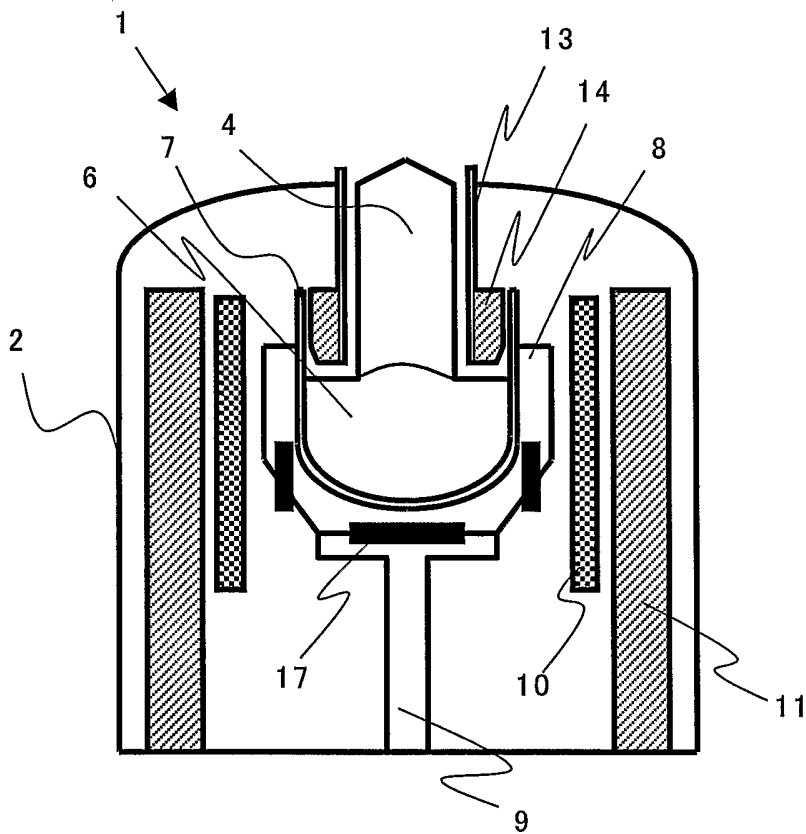


図 2

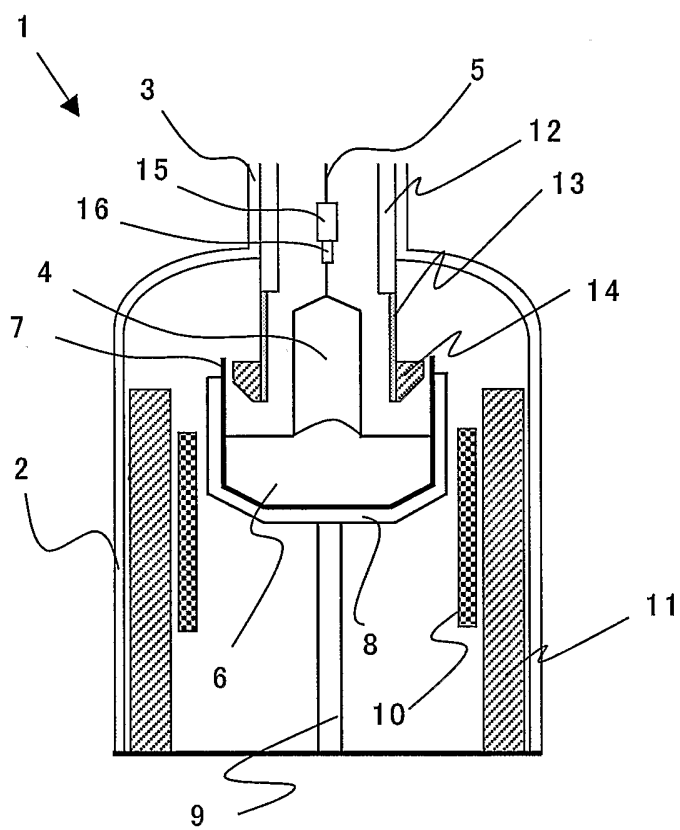


図 3

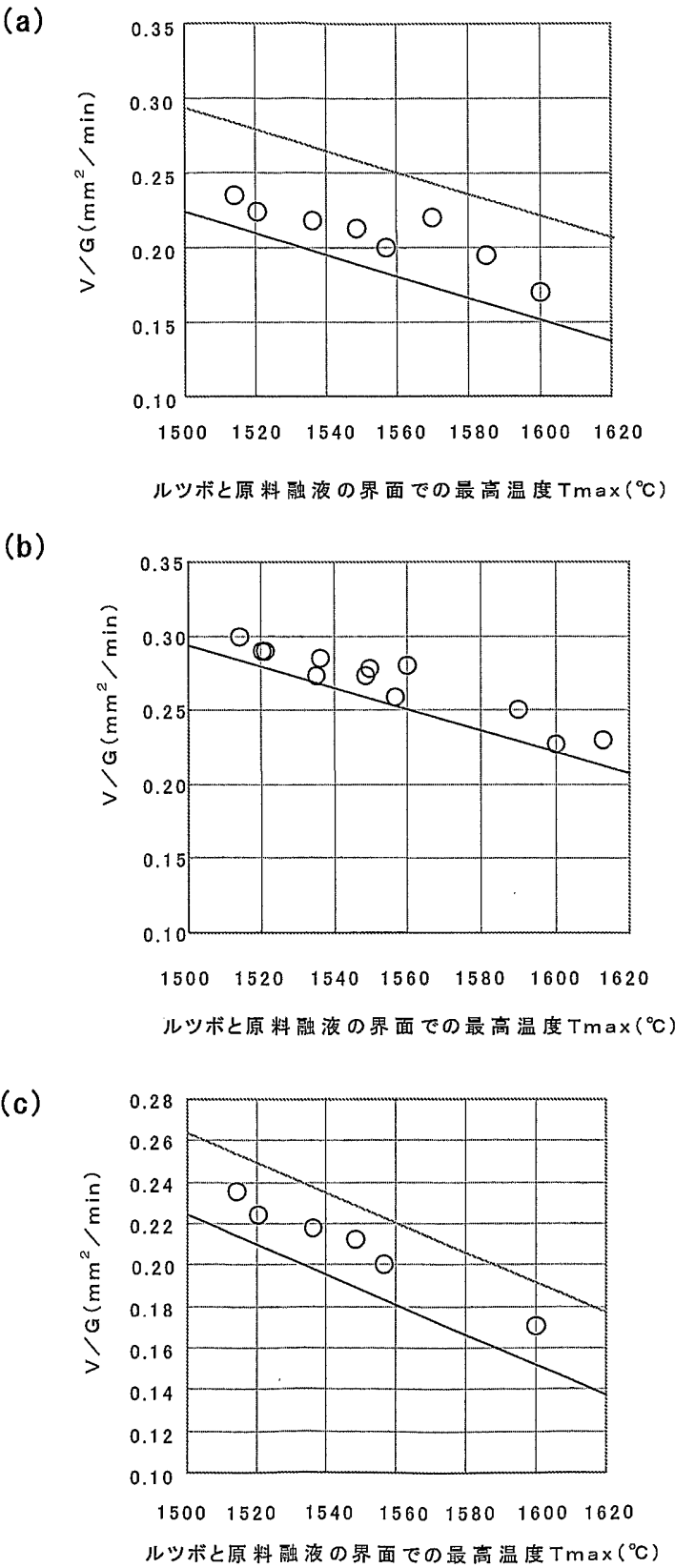


図 4

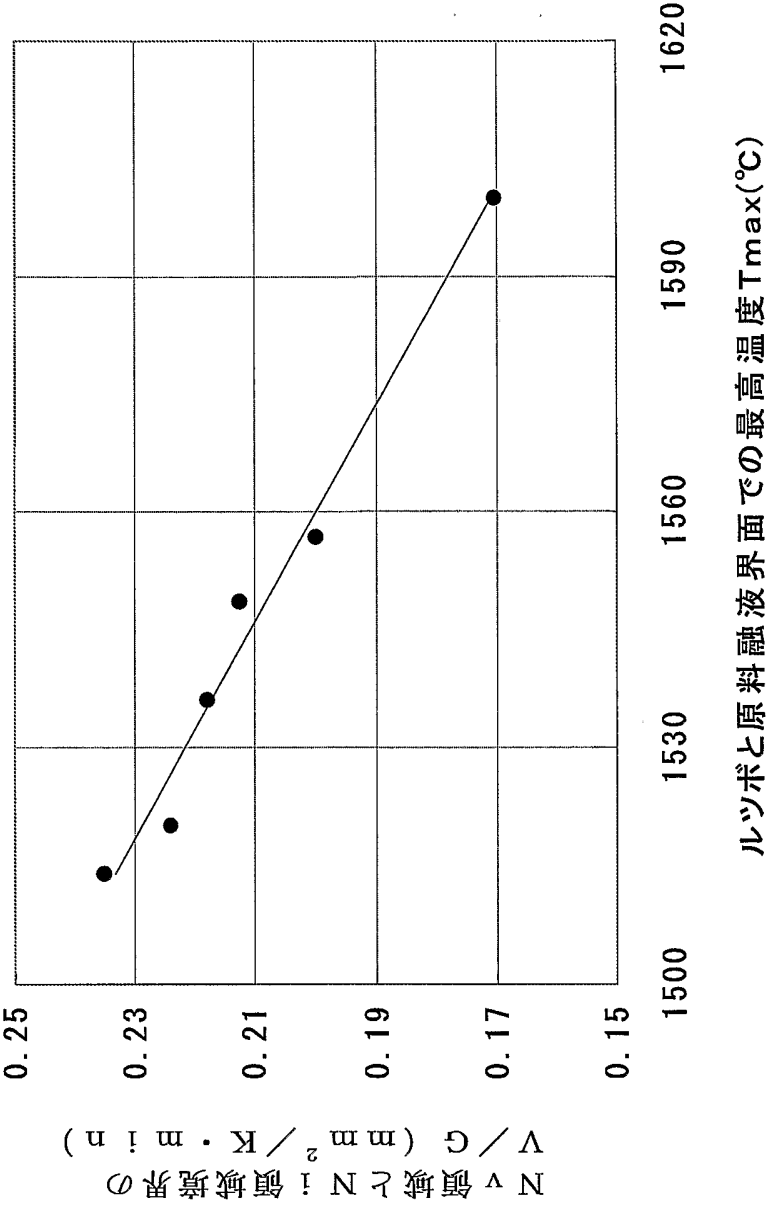


図 5

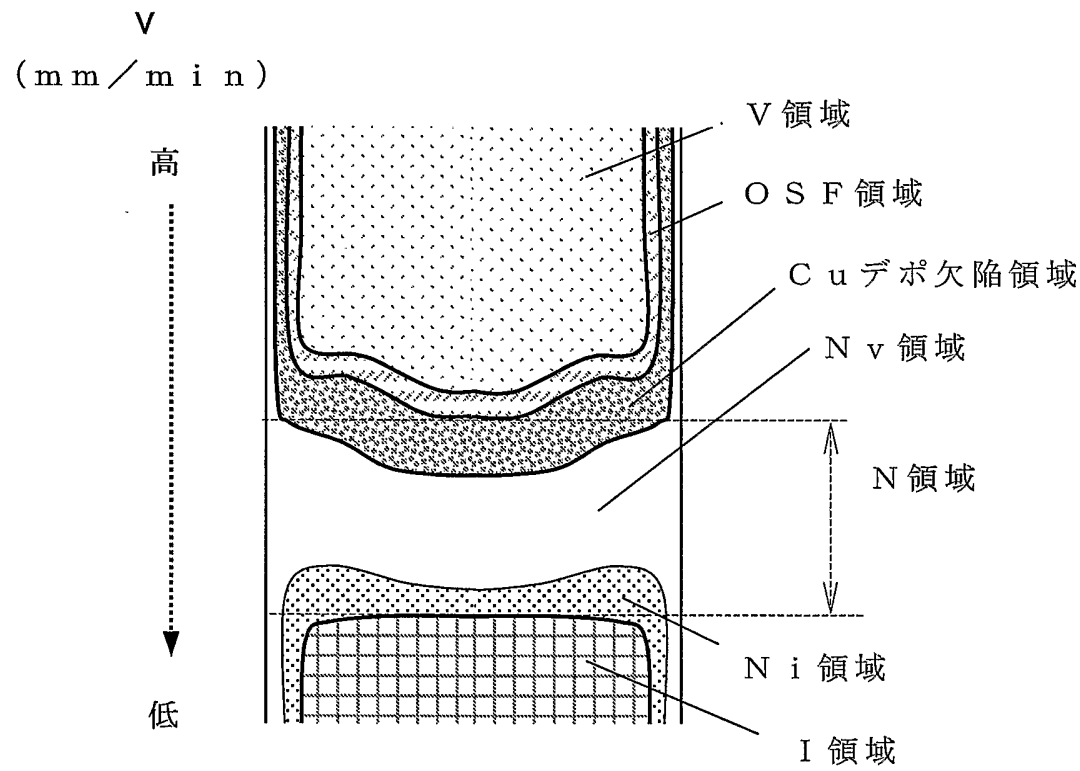
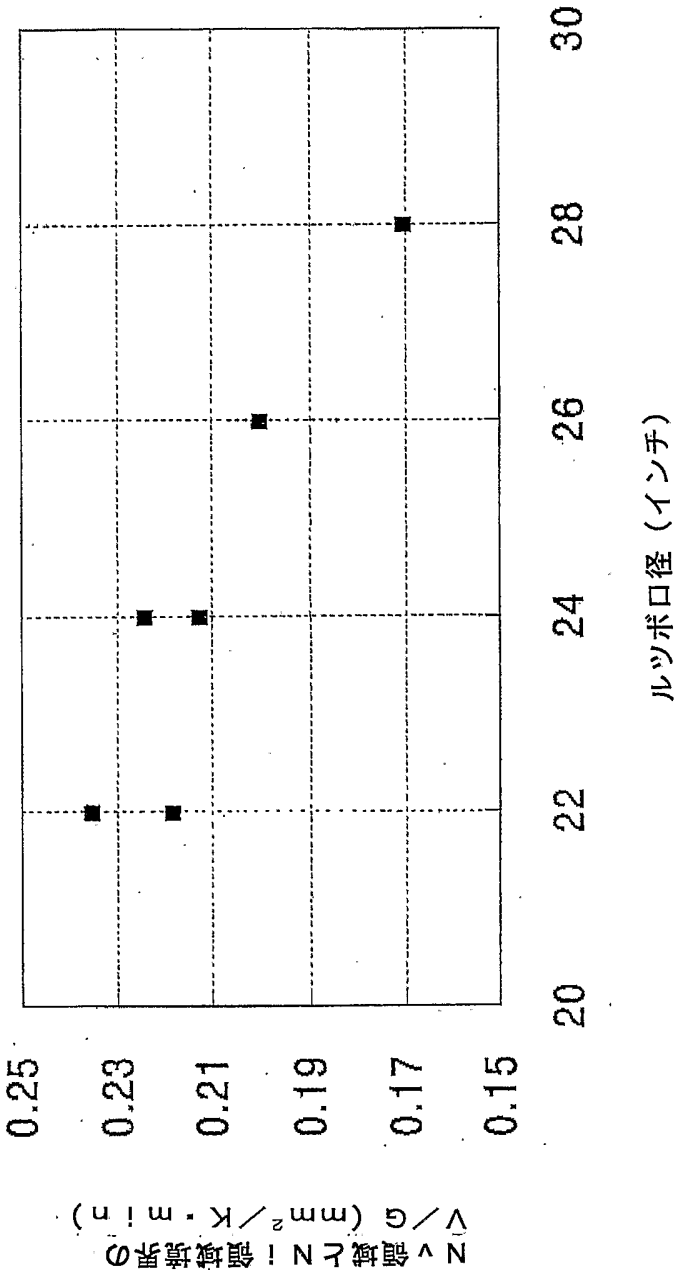


図 6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/006003

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C30B29/06, C30B15/20

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)

Int.Cl⁷ C30B29/06, C30B15/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

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 A	JP 2002-201093 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 16 July, 2002 (16.07.02), Claims 1, 3; Fig. 1 & WO 02/053812 A1 & EP 1347083 A1 & US 2003/0116082 A1	9 1-8
A	JP 2000-1391 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 07 January, 2000 (07.01.00), & EP 0964082 A1 & US 6190452 B1	1-9
A	JP 9-263485 A (Nippon Steel Corp.), 07 October, 1997 (07.10.97), (Family: none)	1-9

☐ 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

"I" 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
02 August, 2004 (02.08.04)

Date of mailing of the international search report
17 August, 2004 (17.08.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. ⁷ C30B29/06, C30B15/20		
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. ⁷ C30B29/06, C30B15/20		
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 1971-2004年 日本国登録実用新案公報 1994-2004年 日本国実用新案登録公報 1996-2004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 請求の範囲の番号
X A	JP 2002-201093 A (信越半導体株式会社) 2002.07.16 請求項1, 3, 図1 & WO 02/053812 A1 & EP 1347083 A1 & US 2003/0116082 A1	9 1-8
A	JP 2000-1391 A (信越半導体株式会社) 2000.01.07 & EP 0964082 A1 & US 6190452 B1	1-9
A	JP 9-263485 A (新日本製鐵株式会社) 1997.10.07 (ファミリーなし)	1-9
☐ 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 02.08.2004	国際調査報告の発送日 17.8.2004	
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) 横山 敏志	4G 2927
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		