

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6885286号
(P6885286)

(45) 発行日 令和3年6月9日(2021.6.9)

(24) 登録日 令和3年5月17日(2021.5.17)

| | | | | | |
|----------------|--------------|------------------|---------|-------|---------|
| (51) Int.Cl. | | F I | | | |
| C 3 O B | 29/06 | (2006.01) | C 3 O B | 29/06 | 5 O 2 Z |
| C 3 O B | 15/20 | (2006.01) | C 3 O B | 15/20 | |
| | | | C 3 O B | 29/06 | 5 O 2 B |

請求項の数 4 (全 12 頁)

| | |
|---|--|
| <p>(21) 出願番号 特願2017-189212 (P2017-189212)</p> <p>(22) 出願日 平成29年9月28日 (2017.9.28)</p> <p>(65) 公開番号 特開2019-64843 (P2019-64843A)</p> <p>(43) 公開日 平成31年4月25日 (2019.4.25)</p> <p>審査請求日 令和1年9月30日 (2019.9.30)</p> | <p>(73) 特許権者 302006854 株式会社 S U M C O 東京都港区芝浦一丁目2番1号</p> <p>(74) 代理人 110000637 特許業務法人樹之下知的財産事務所</p> <p>(72) 発明者 金 大基 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内</p> <p>(72) 発明者 川上 壘 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内</p> <p>審査官 今井 淳一</p> |
|---|--|

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

シリコン原料が投入される石英ルツボと、前記石英ルツボ中のシリコン原料を熔融するヒーターと、前記石英ルツボの上部に配置され、前記ヒーターからの赤外線を遮蔽する熱遮蔽体とを備えた引き上げ装置を用い、種結晶を前記石英ルツボの上方に引き上げて、シリコン単結晶を製造する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、前記石英ルツボの赤外線透過率を取得する第1工程と、取得された赤外線透過率に基づいて、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との距離を調整する第2工程と、前記シリコン単結晶を引き上げる第3工程と、

を実施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、前記第3工程では、引き上げられた前記シリコン単結晶を取り巻く熱環境の変化に基づき、前記距離を維持または増減して前記シリコン単結晶の引き上げを行うことを特徴とするシリ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、前記第1工程は、前記石英ルツボの気泡層の厚さに基づいて、赤外線透過率を推定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 4】

請求項 1 から請求項 3 のいずれか一項に記載のシリコン単結晶の製造方法において、前記第 2 工程は、基準となる赤外線透過率における、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との基準距離に対して、96%以上、103%以下の範囲で、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との距離を調整することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

【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に関する。

10

【背景技術】

【0002】

従来、シリコン単結晶の製造方法において、単結晶化率に優れ、部分加熱効果の良好な石英ルツボとして、特許文献 1 に記載の石英ルツボが知られている。

特許文献 1 に記載の石英ルツボは、壁体の内表面が実質的に気泡を含有しない透明ガラス層からなり、ルツボ側壁部から湾曲部および底部を含む任意の部位の赤外線透過率が 30% ~ 80% であり、各部分における任意の複数箇所の赤外線透過率の差が、30% 以下とされている。

【先行技術文献】

【特許文献】

20

【0003】

【特許文献 1】特開平 9 - 157082 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、前記特許文献 1 のように石英ルツボの赤外線透過率を一定範囲とし、その差を一定範囲以内にしようとしても、個々の石英ルツボの赤外線透過率を一定にすることができない。

特に、シリコン単結晶中において、OSF 領域が支配する結晶成長速度と、L/DL 領域が支配する結晶成長速度との間の結晶成長速度で形成され、空孔優勢領域 (Pv 領域) と、格子間シリコン優勢領域 (Pi 領域) とが混在した無欠陥領域における結晶成長速度のマージンは、石英ルツボの赤外線透過率の影響を受けやすい。

30

石英ルツボの個体差による石英ルツボの赤外線透過率の違いは、シリコン単結晶の無欠陥領域における結晶成長速度のマージンに大きく影響し、石英ルツボの赤外線透過率が異なることにより、無欠陥領域における引き上げ速度のマージンが安定せず、無欠陥領域にある単結晶の取得率が減少してしまうという課題がある。

【0005】

本発明の目的は、石英ルツボの赤外線透過率に個体差があっても、無欠陥領域における結晶成長速度のマージンが大きく変動することのないシリコン単結晶の製造方法を提供することにある。

40

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明のシリコン単結晶の製造方法は、シリコン原料が投入される石英ルツボと、前記石英ルツボ中のシリコン原料を熔融するヒーターと、前記石英ルツボの上部に配置され、前記ヒーターからの赤外線を遮蔽する熱遮蔽体とを備えた引き上げ装置を用い、種結晶を前記石英ルツボの上方に引き上げて、シリコン単結晶を製造する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、前記石英ルツボの赤外線透過率を取得する第 1 工程と、取得された赤外線透過率に基づいて、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との距離を調整する第 2 工程と、前記シリコン単結晶を引き上げる第 3 工程と、を実施することを特徴とする。

50

【0007】

この発明によれば、第1工程により、シリコン単結晶の引き上げに際して用いる石英ルツボの赤外線透過率のばらつきを取得することができる。そして、第2工程により、石英ルツボの赤外線透過率の個体差に応じて、ヒーターからの赤外線の遮蔽率を調整して、第3工程により、シリコン単結晶の引き上げを行うことができる。したがって、石英ルツボの赤外線透過率が異なる場合であっても、無欠陥領域における結晶成長速度のマージンが大きく変動することなく、シリコン単結晶の引き上げを行うことができる。

【0008】

本発明では、前記第3工程は、前記第2工程により調整された前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との距離を基準として、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との距離を維持または増減させるのが好ましい。

10

この発明によれば、第3工程のシリコン単結晶の引上げの進行に伴って、シリコン単結晶を取り巻く熱環境が変化しない場合は、石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、熱遮蔽体の下端との距離を維持して単結晶を引き上げることができる。

一方、石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、熱遮蔽体の下端との距離を維持すると、かえって熱環境が大きく変化する場合は、あえてこれを増減させて熱環境の変化を相殺させることができる。したがって、シリコン単結晶の引上げが進行してもシリコン単結晶の引き上げ軸方向の温度勾配を安定化させ、シリコン単結晶の長手方向において安定して無欠陥領域における結晶速度のマージンを確保することができる。

【0009】

20

本発明では、前記第1工程は、前記石英ルツボの気泡層の厚さに基づいて、赤外線透過率を推定するのが好ましい。

この発明によれば、石英ルツボの気泡層の厚さに基づいて、赤外線透過率を推定しているので、赤外線透過率の取得が簡易となる。

【0010】

本発明では、前記第2工程は、基準となる前記石英ルツボの赤外線透過率における、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽板との基準距離に対して、96%以上、103%以下の範囲で、前記石英ルツボ中のシリコン融液の液面と、前記熱遮蔽体の下端との距離を調整するのが好ましい。

この発明によれば、第2工程において調整する範囲をこの範囲とすることにより、シリコン単結晶の引き上げ装置内のホットゾーンを大きく変更することなく、シリコン単結晶の引き上げを安定して行うことができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】本発明に至る経緯を説明するための結晶成長速度の変化によって生じる欠陥領域を示す模式図。

【図2】本発明の実施の形態に係るシリコン単結晶の引き上げ装置の構造を示す模式図。

【図3】前記実施の形態における石英ルツボの構造を示す断面図。

【図4】前記実施の形態における石英ルツボの赤外線透過率を測定する装置の構造を示す模式図。

40

【図5】前記実施の形態における石英ルツボの気泡層の厚さと赤外線透過率の関係を示すグラフ。

【図6】前記実施の形態におけるシリコン融液の液面と熱遮蔽体の下端との距離を説明するための模式図。

【図7】前記実施の形態における液面Gapの変更量と無欠陥領域における結晶成長速度マージンとの関係を示すグラフ。

【図8】前記実施の形態における液面Gapの変化率と赤外線透過率との関係を示すグラフ。

【図9】前記実施の形態における石英ルツボの厚さの測定方法を示す模式図。

【図10】前記実施の形態における石英ルツボの透明層の厚さの測定方法を示す模式図。

50

【図 1 1】前記実施の形態におけるシリコン単結晶の製造方法を示すフローチャート。

【図 1 2】本発明の実施例および比較例を対比したグラフ。

【発明を実施するための形態】

【0012】

[1] 本発明に至る経緯

図 1 には、結晶面内位置と、結晶成長速度の変化によって生じる欠陥領域が示されている。図 1 の左側は赤外線透過がない場合、図 1 の右側は赤外線透過がある場合である。結晶成長速度を速くすると、OSF (Oxidation Induced Stacking Fault) 領域、さらには、COP (Crystal Originated Pattern Defect) 領域が増大する。

一方、結晶成長速度を遅くすると、L/DL (Large Dislocation Loop) 領域が増大する。

10

【0013】

無欠陥領域は、OSF 領域が支配する結晶成長速度と、L/DL 領域が支配する結晶成長速度との間の結晶成長速度で形成され、空孔優勢領域 (Pv 領域) と、格子間シリコン優勢領域 (Pi 領域) とが混在した領域である。無欠陥領域の結晶成長速度で引き上げられた無欠陥結晶は、COP や転位クラスターといった Grown-in 欠陥の無いまたは非常に少ない良質のシリコン単結晶であるといえる。したがって、無欠陥領域における結晶成長速度により、シリコン単結晶の引き上げ制御を行うことは、シリコン単結晶の品質を確保する上で重要である。

【0014】

20

図 1 から判るように、無欠陥領域における結晶成長速度のマージン (ウェーハにしたときに、全面が無欠陥領域となるマージン) は、石英ルツボ 3 A の赤外線透過率に影響され、赤外線透過がない場合の無欠陥領域における結晶成長速度のマージンは大きく、赤外線透過がある場合の無欠陥領域における結晶成長速度のマージンは小さくなるのが、確認された。

本発明は、このような知見に基づいて、案出されたものである。以下に本発明の実施の形態について詳述する。

【0015】

[2] シリコン単結晶の引き上げ装置 1 の構造

図 2 には、本発明の実施形態に係るシリコン単結晶 10 の製造方法を適用できるシリコン単結晶の引き上げ装置 1 の構造の一例を表す模式図が示されている。引き上げ装置 1 は、チョコラルスキー法によりシリコン単結晶 10 を引き上げる装置であり、外郭を構成するチャンバ 2 と、チャンバ 2 の中心部に配置されるルツボ 3 とを備える。

30

ルツボ 3 は、内側の石英ルツボ 3 A と、外側の黒鉛ルツボ 3 B 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 4 の上端部に固定されている。

【0016】

ルツボ 3 の外側には、ルツボ 3 を囲む抵抗加熱式のヒーター 5 が設けられ、その外側には、チャンバ 2 の内面に沿って断熱材 6 が設けられている。

ルツボ 3 の上方には、支持軸 4 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 7 が設けられている。この引き上げ軸 7 の下端には種結晶 8 が取り付けられている。

40

【0017】

チャンバ 2 内には、ルツボ 3 内のシリコン融液 9 の上方で育成中のシリコン単結晶 10 を囲む円筒状の水冷体 11 が配置されている。

水冷体 11 は、たとえば、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、シリコン単結晶 10 を強制的に冷却する。この水冷体 11 は、育成中のシリコン単結晶 10 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 7 方向の温度勾配を制御する役割を担う。

【0018】

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 12 が配

50

置されている。

熱遮蔽体 1 2 は、育成中のシリコン単結晶 1 0 に対して、ルツボ 3 内のシリコン融液 9 やヒーター 5 やルツボ 3 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、外部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制御する役割を担う。

また、熱遮蔽体 1 2 は、シリコン融液 9 からの蒸発物を炉上方から導入した不活性ガスにより、炉外に排気する整流筒としての機能もある。

【 0 0 1 9 】

チャンバ 2 の上部には、アルゴンガス（以下、A r ガスと称す）などの不活性ガスをチャンバ 2 内に導入するガス導入口 1 3 が設けられている。チャンバ 2 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 内の気体を吸引して排出する排気口 1 4 が設けられている。

ガス導入口 1 3 からチャンバ 2 内に導入された不活性ガスは、育成中のシリコン単結晶 1 0 と熱遮蔽体 1 2 との間を下降し、熱遮蔽体 1 2 の下端とシリコン融液 9 の液面との隙間を経た後、熱遮蔽体 1 2 の外側、さらにルツボ 3 の外側に向けて流れ、その後ルツボ 3 の外側を下降し、排気口 1 4 から排出される。

【 0 0 2 0 】

このような引き上げ装置 1 を用いてシリコン単結晶 1 0 を製造する際、チャンバ 2 内を減圧下の不活性ガス雰囲気維持した状態で、ルツボ 3 に充填した多結晶シリコンなどの固形原料をヒーター 5 の加熱により溶融させ、シリコン融液 9 を形成する。

ルツボ 3 内にシリコン融液 9 が形成されると、引き上げ軸 7 を下降させて種結晶 8 をシリコン融液 9 に浸漬し、ルツボ 3 および引き上げ軸 7 を所定の方向に回転させながら、引き上げ軸 7 を徐々に引き上げ、これにより種結晶 8 に連なったシリコン単結晶 1 0 を育成する。

【 0 0 2 1 】

[3] 石英ルツボ 3 A の赤外線透過率

シリコン単結晶 1 0 の引き上げ装置 1 を構成し、シリコン原料が投入される石英ルツボ 3 A は、図 3 に示すように、透明層 3 1 および気泡層 3 2 の 2 層構造とされる。なお、石英ルツボ 3 A としては、2 層構造だけでなく、気泡層 3 2 の外側に透明層が設けられた 3 層構造のものもある。

透明層 3 1 は、石英ルツボ 3 A の内面に形成される。透明層 3 1 は、気泡をほとんど含まないガラス質層から構成され、気泡層 3 2 よりもヒーター 5 から放射された赤外線を透過する。

気泡層 3 2 は、石英ルツボ 3 A の外面に形成される。気泡層 3 2 は、内部に多層の気泡を含む層から構成され、ヒーター 5 から放射された赤外線を、内部の気泡によって反射、散乱させる。

【 0 0 2 2 】

赤外線透過率は、気泡層 3 2 の厚さによって変化し、気泡層 3 2 が厚ければ赤外線透過率は低下し、気泡層 3 2 が薄ければ赤外線透過率は上昇する。

具体的には、赤外線透過率と気泡層 3 2 の厚さとの関係は、図 4 に示す赤外線透過率測定装置 2 0 を用いて測定することにより、求めることができる。

赤外線透過率測定装置 2 0 は、電源 2 1、ハロゲンヒーター 2 2、およびレーザーパワーメーター 2 3 を備える。石英ルツボ 3 A を砕いたサンプルを、レーザーパワーメーター 2 3 の検出素子上に配置し、電源 2 1 を入れてハロゲンヒーター 2 2 を点灯させ、レーザーパワーメーター 2 3 により検出されたレーザー強度を測定する。なお、レーザーパワーメーター 2 3 の検出素子と、ハロゲンヒーター 2 2 との距離は、たとえば 4 3 m m に設定する。

【 0 0 2 3 】

赤外線透過率は、サンプルを配置しない場合の測定値と、サンプルとなる石英ルツボ 3 A を配置した場合の測定値との比で与えられる。

具体的には、赤外線透過率 = サンプルを配置した場合の測定値 / サンプルを配置していない場合の測定値 × 100 (%) で与えられる。

気泡層 3 2 の厚さの異なる石英ルツボ 3 A を複数準備し、それぞれのサンプルについて、赤外線透過率測定装置 2 0 により赤外線透過率を測定した。

石英ルツボ 3 A の気泡層 3 2 の厚さと、赤外線透過率とは、図 5 に示すように、比例関係にあることが確認された。石英ルツボ 3 A の赤外線透過率は、図 5 に示すように、4 0 % 以上、7 0 % 以下の範囲となる。

【 0 0 2 4 】

[4] 無欠陥領域における結晶成長速度のマージンと液面 G a p との関係

前述したように無欠陥領域における結晶成長速度のマージンは、石英ルツボ 3 A の赤外線透過率によって変化する。そこで、ヒーター 5 からの赤外線を遮蔽する熱遮蔽体 1 2 の位置と、無欠陥領域における結晶成長速度のマージンの関係を調べた。

図 6 に示すように、シリコン融液 9 の液面と、熱遮蔽体 1 2 の下端との距離 (以下、明細書中では液面 G a p と呼称し、図面では単に G a p と記載する) を変化させ、その際の無欠陥領域における結晶成長速度のマージンを測定した。

【 0 0 2 5 】

図 7 に示すように、同じ液面 G a p で比較すると、赤外線透過なしの場合、無欠陥領域における結晶成長速度のマージン (図 7 では P v P i Margin とした) は、0 . 0 1 2 mm / m i n であり、赤外線透過ありの場合、無欠陥領域における結晶成長速度のマージンは、0 . 0 0 5 5 mm / m i n であった。この状態から、赤外線透過ありの場合の液面 G a p を徐々に小さくしたところ、無欠陥領域における結晶成長速度のマージンは、徐々に上昇し、液面 G a p が - 3 mm のところで、赤外線透過なしと同じ程度の無欠陥領域における結晶成長速度のマージンを得ることができた。

以上の結果から、液面 G a p を変化させることによって、シリコン単結晶 1 0 に到達する石英ルツボ 3 A の赤外線透過量を変化させ、石英ルツボ 3 A の赤外線透過率変化による赤外線透過量の変化を相殺できる。

【 0 0 2 6 】

図 7 で得られた実測値に基づいて、無欠陥領域の結晶成長速度マージンが最大となる最適な液面 G a p と、石英ルツボ 3 A の赤外線透過率との関係をシミュレーションしたところ、比例関係が得られることが確認された。

石英ルツボ 3 A の赤外線透過率には、個体差があり、ばらつきがあるが、ばらつきがあっても、図 8 を参照することにより、容易に最適な液面 G a p を求めることができる。

たとえば、図 8 における点 P 3 の場合は、石英ルツボ 3 A の赤外線透過率が 8 0 % 程度であるので、液面 G a p を基準点 P 1 における最適な液面 G a p (基準距離) の 9 6 % とすることにより、最適な液面 G a p が得られる。一方、点 P 2 の場合は、石英ルツボ 3 A の赤外線透過率が 4 0 % 程度であるので、液面 G a p を基準点 P 1 における最適な液面 G a p の 1 0 3 % とすることにより、最適な液面 G a p が得られる。

【 0 0 2 7 】

[5] 非破壊による石英ルツボ 3 A の気泡層 3 2 の厚さの測定方法

前述したように、石英ルツボ 3 A の気泡層 3 2 の厚さと、赤外線透過率とは比例関係にあり、さらに赤外線透過率と最適な液面 G a p が比例関係にあることから、石英ルツボ 3 A の気泡層 3 2 の厚さを非破壊で測定できれば、液面 G a p をどの程度に設定すれば最適な液面 G a p になるのかを把握でき、容易に無欠陥領域における結晶成長速度マージンを最大にすることができる。

【 0 0 2 8 】

まず、図 9 に示すように、接触端子 4 1 を石英ルツボ 3 A の内周面に当接させ、座標を測定し、石英ルツボ 3 A の外周面を C C D カメラで撮像して座標を測定し、2 点間の距離を求めて、石英ルツボ 3 A の肉厚を算出する。

次に、図 1 0 に示すように、レーザー発振器 4 3 から出射したレーザー光を、ミラー 4 4 を用いて屈折させて、石英ルツボ 3 A の透明層 3 1 に斜めから入射させる。

10

20

30

40

50

そして、反射する光をCCDカメラ45で撮像し、反射する光の画像位置から透明層31の厚さを算出する。

石英ルツボ3Aの肉厚から透明層31の厚さの差分をとって、気泡層32の厚さを算出する。なお、レーザー光が石英ルツボ3Aの透明層31に進入する際の屈折率、および透明層31から気泡層32に進入する際の屈折率については、予めレーザー光の進路を肉厚断面方向から観察することにより求めることができる。

【0029】

[6]シリコン単結晶10の製造方法

次に、シリコン単結晶10の製造方法について、図11に示すフローチャートに基づいて説明する。

まず、図9および図10に示す測定方法により、石英ルツボ3Aの気泡層32の厚さを測定する(工程S1:第1工程)。

次に、図5の関係に基づいて、測定された石英ルツボ3Aの気泡層32の厚さに応じた赤外線透過率を算出する(工程S2)。

【0030】

図8の関係に基づいて、基準となる赤外線透過率に応じた点P1を把握し、点P2から点P3の範囲で、液面Gapを変化させて液面Gapの設定を行う(工程S3:第2工程)。

液面Gapの設定が終了したら、無欠陥領域における結晶成長速度マージンを把握して、シリコン単結晶10の引き上げ速度の設定を行う(工程S4)。なお、引き上げ速度の狙い値は、無欠陥領域における結晶成長速度マージンの中央値とするのが好ましい。

【0031】

以上が終了したら、液面Gapを維持した状態でシリコン単結晶10の引き上げを開始する(工程S5:第3工程)。

第3工程S5におけるシリコン単結晶10の引き上げは、引き上げられたシリコン単結晶10を取り巻く熱環境が変化しない場合には、液面Gapを維持してシリコン単結晶10の引き上げを行う。

一方、液面Gapを維持すると、かえって熱環境が大きく変化する場合は、これを増減させてシリコン単結晶10の引き上げを行い、熱環境の変化を相殺させる。

【0032】

[7]実施の形態の効果

このような本実施の形態によれば、以下の効果がある。

第1工程S1により、シリコン単結晶10の引き上げに際して用いる石英ルツボ3Aの赤外線透過率のばらつきを取得することができる。そして、第2工程S3により、石英ルツボ3Aの赤外線透過率の個体差に応じて、液面Gapを調整することにより、熱遮蔽体12によるヒーター5からの赤外線の遮蔽量を調整して、第3工程S5により、シリコン単結晶10の引き上げを行うことができる。したがって、石英ルツボ3Aの赤外線透過率が異なる場合であっても、無欠陥領域における結晶成長速度のマージンが大きく変動することなく、シリコン単結晶10の引き上げを行うことができる。

【0033】

第3工程S5のシリコン単結晶の引上げの進行に伴って、シリコン単結晶10を取り巻く熱環境が変化しない場合は、液面Gapを維持してシリコン単結晶10を引き上げ、液面Gapを維持すると、かえって熱環境が大きく変化する場合は、あえてこれを増減させて熱環境の変化を相殺させることができる。したがって、シリコン単結晶10の引上げが進行してもシリコン単結晶10の引き上げ軸方向の温度勾配を安定化させ、シリコン単結晶10の長手方向において安定して無欠陥領域における結晶成長速度のマージンを確保することができる。

【0034】

石英ルツボ3Aの気泡層32の厚さに基づいて、赤外線透過率を推定しているため、赤外線透過率の取得が簡易となる。

10

20

30

40

50

第2工程S3において調整する範囲をこの範囲とすることにより、シリコン単結晶10の引き上げ装置1内のホットゾーンを大きく変更することなく、シリコン単結晶10の引き上げを安定して行うことができる。

【実施例】

【0035】

次に、本発明の実施例について説明する。なお、本発明は以下に説明する実施例に限定されるものではない。

まず、赤外線透過率が50%の石英ルツボ3Aを準備し、シリコン単結晶の引き上げ装置1にセットし、石英ルツボ3Aを用いたときの無欠陥領域における結晶成長マージンが最大となるように、熱遮蔽体12の液面Gapを設定し、シリコン単結晶10の引き上げを行った(参考例)。

10

【0036】

次に、赤外線透過率が70%の石英ルツボ3Aに変更し、参考例と同じ条件によりシリコン単結晶10の引き上げを行った(比較例)。

そして、赤外線透過率が70%の石英ルツボ3Aをそのまま使用して、熱遮蔽体12の液面Gapを、最初の液面Gapの96%に設定して、シリコン単結晶10の引き上げを行った(実施例)。

なお、参考例、比較例、実施例ともに、シリコン単結晶10を10本引き上げている。

【0037】

参考例、比較例、実施例について、無欠陥領域から外れたシリコン単結晶の部分を、不良品とした。なお、不良品の判定は、シリコン単結晶10を複数のインゴットブロックに切断し、その両端から枚葉の試料を採取し、OSF、L/DLの有無を確認することにより行った。

20

不良品と判定された試料のインゴットブロックは、さらに枚葉の試料を採取していき、OSF、L/DLがなくなるまで枚葉の試料を採取していく。そして、シリコン単結晶10の中の不良品長さを、シリコン単結晶10の10本分の総引き上げ長さで除して不良率を算出した。結果を図12に示す。

【0038】

図12から判るように、赤外線透過率50%の石英ルツボ3Aを使用して引き上げたシリコン単結晶10の不良率は、1%であったが、赤外線透過率70%の石英ルツボ3Aに変更して、シリコン単結晶10を引き上げた比較例では、不良率が6.8%に上昇した。

30

これに対して、液面Gapを96%に変更して熱遮蔽体12をシリコン融液9の液面に近づけた実施例では、不良率を1.0%まで低下できることが確認された。

したがって、石英ルツボ3Aの赤外線透過率に応じて、液面Gapを変更することにより、無欠陥結晶の不良率を低減できるといえる。

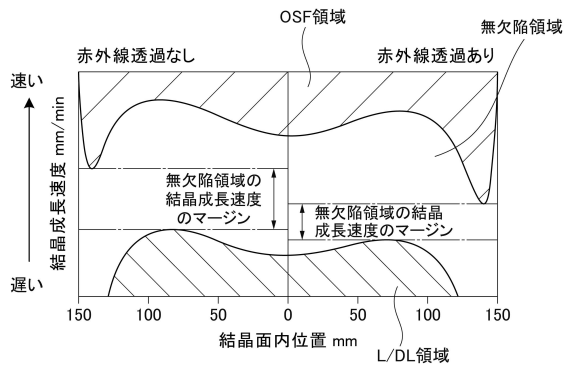
【符号の説明】

【0039】

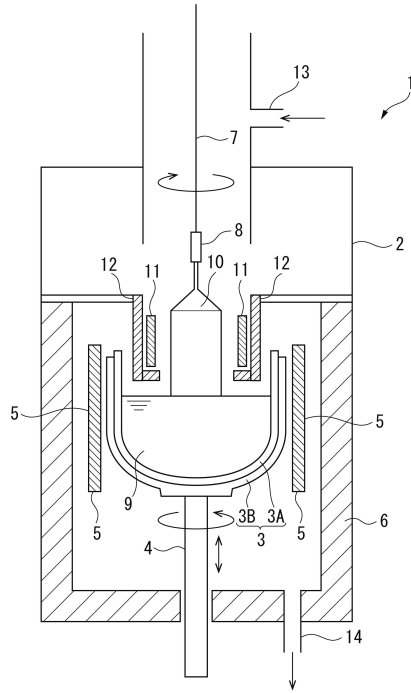
1...引き上げ装置、2...チャンバ、3...ルツボ、3A...石英ルツボ、3B...黒鉛ルツボ、4...支持軸、5...ヒーター、6...断熱材、7...引き上げ軸、8...種結晶、9...シリコン融液、10...シリコン単結晶、11...水冷体、12...熱遮蔽体、13...ガス導入口、14...排気口、20...赤外線透過率測定装置、21...電源、22...ハロゲンヒーター、23...レーザーパワーメーター、31...透明層、32...気泡層、41...接触端子、43...レーザー発振器、44...ミラー、45...CCDカメラ、S1...第1工程、S3...第2工程、S5...第3工程。

40

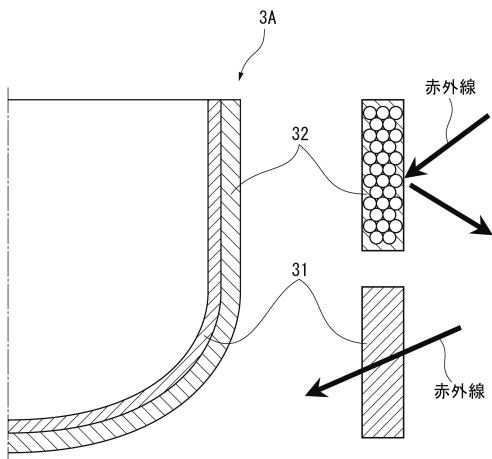
【図1】



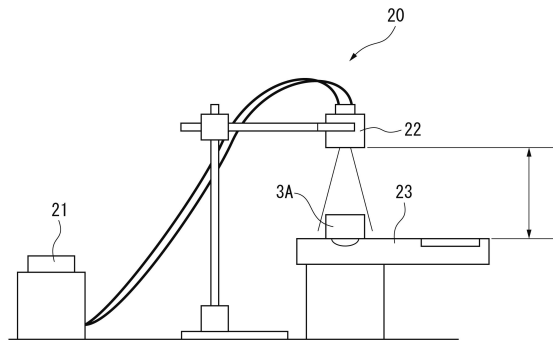
【図2】



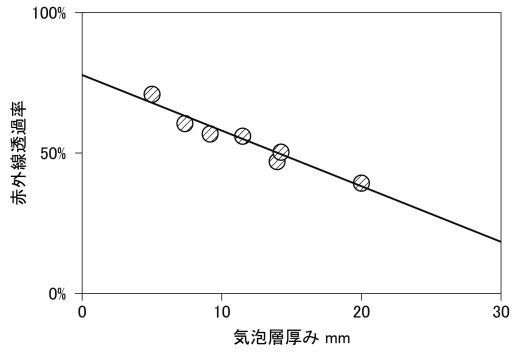
【図3】



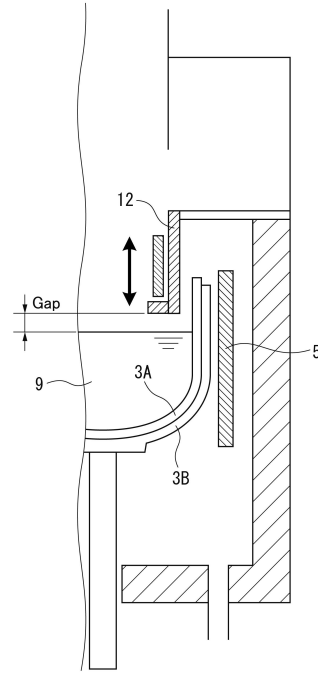
【図4】



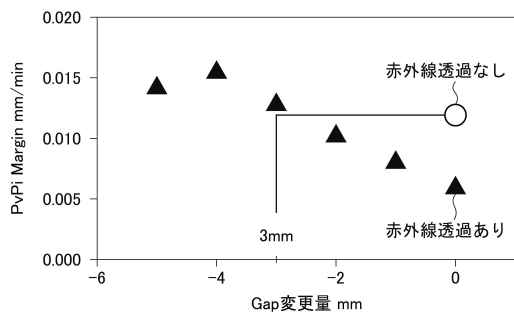
【 図 5 】



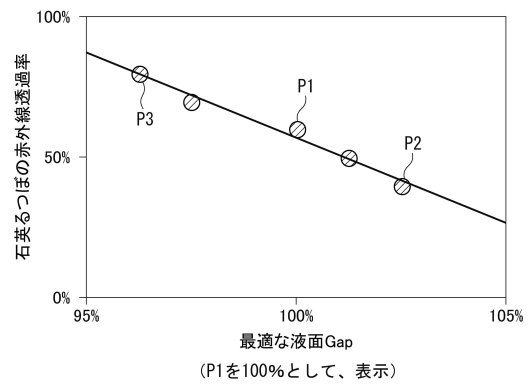
【 図 6 】



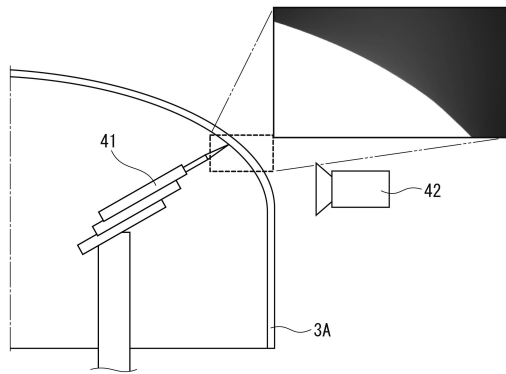
【 図 7 】



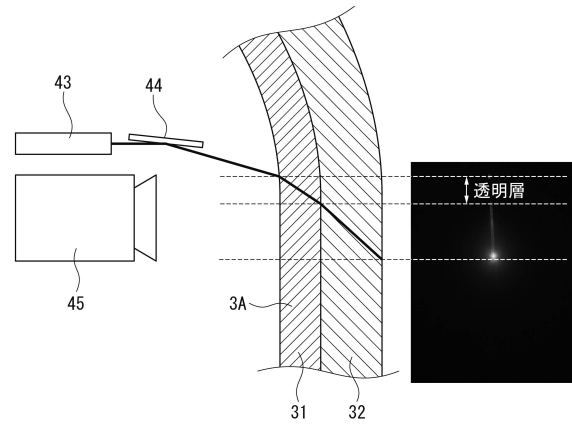
【 図 8 】



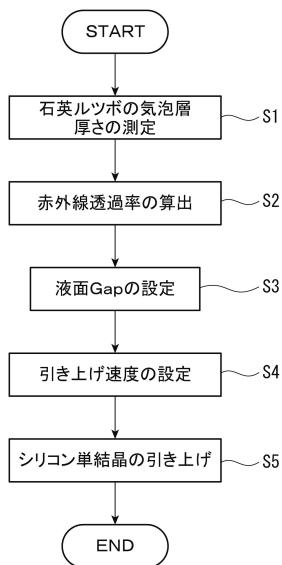
【図9】



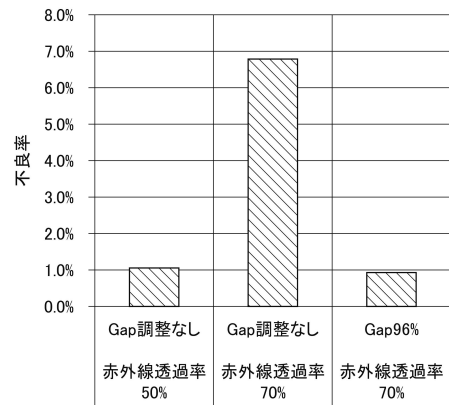
【図10】



【図11】



【図12】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2009-091237(JP,A)
特開2005-015296(JP,A)
特開2011-084421(JP,A)
特開2010-241623(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 29/06
C30B 15/20