

(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
2018年7月12日(12.07.2018)



(10) 国際公開番号

WO 2018/128046 A1

(51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01) C30B 15/22 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2017/044012

(22) 国際出願日: 2017年12月7日(07.12.2017)

(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 2017-000677 2017年1月5日(05.01.2017) 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: 特許業務法人樹之下知的財産事務所 (KINOSHITA & ASSOCIATES); 〒1670051 東京都杉並区荻窪五丁目26番13号3階 Tokyo (JP).

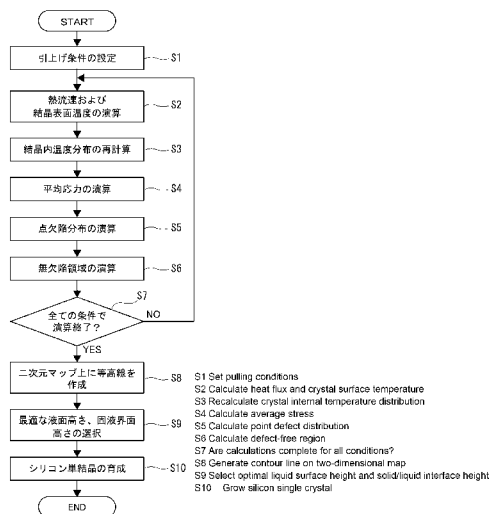
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, 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,

(54) Title: SILICON SINGLE CRYSTAL PULLING CONDITION CALCULATION PROGRAM, SILICON SINGLE CRYSTAL HOT ZONE IMPROVEMENT METHOD, AND SILICON SINGLE CRYSTAL GROWING METHOD

(54) 発明の名称: シリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラム、シリコン単結晶のホットゾーンの改良方法、およびシリコン単結晶の育成方法

$$T_{ref} = \sqrt[4]{T^4 - \frac{q}{\epsilon \sigma}} \quad \dots (1)$$



(57) Abstract: Provided is a pulling condition calculation program that causes a computer to execute the following: a step (S2) for setting a plurality of pulling conditions according to a solid/liquid interface height and a distance between a liquid surface of a silicone single crystal and a heat shielding plate, and calculating a heat flux (q) (W/m²) and a crystal surface temperature (T) for each pulling condition; a step for setting a reference temperature (T_{ref}) given in a formula (1) and a solid/liquid interface shape as boundary conditions; a step (S3) for recalculating a crystal internal temperature distribution; a step (S4) for calculating an average stress within the silicon single crystal; a step (S5) for calculating a pulling direction defect distribution on the basis of the average stress and the crystal internal temperature distribution; a step (S6) for finding a defect-free region in the pulling direction; and a step (S8) for generating a contour line of the size of the defect-free region on a two-dimensional map of the distance and the solid/liquid interface height.



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：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

(57) 要約：引き上げ条件演算プログラムは、固液界面高さおよびシリコン単結晶の液面と熱遮蔽板との距離に応じた複数の引き上げ条件を設定し、各引き上げ条件について、熱流束 (q) (W/m^2) および結晶表面温度 (T) を演算するステップ (S2)、下記式 (1) で与えられる参照温度 (T_{ref}) と、固液界面形状とを境界条件として設定するステップと、結晶内温度分布を再演算するステップ (S3)、シリコン単結晶内の平均応力を演算するステップ (S4)、平均応力、結晶内温度分布に基づいて、引き上げ方向の欠陥分布を演算するステップ (S5)、引き上げ方向の無欠陥領域を求めるステップ (S6)、距離および固液界面高さの二次元マップ上に、無欠陥領域の大きさの等高線を生成するステップ (S8) をコンピュータに実行させる。

明 細 書

発明の名称：

シリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラム、シリコン単結晶のホットゾーンの改良方法、およびシリコン単結晶の育成方法

技術分野

[0001] 本発明は、シリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラム、シリコン単結晶のホットゾーンの改良方法、およびシリコン単結晶の育成方法に関する。

背景技術

[0002] 従来、シリコン単結晶の育成方法として、シリコン単結晶内部に作用する応力効果を考慮して、無欠陥のシリコン単結晶の育成方法が提案されている（たとえば、特許文献 1 参照）。

特許文献 1 では、界面に接する単結晶中の熱機械応力場の効果を内因性点欠陥の発生に関して保証するように V/G プロフィールを制御する方法が記載されている。ここで、V は引上げ速度、G は成長軸方向の温度勾配である。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献 1：特許第 4 8 1 9 8 3 3 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 に記載の技術は、V/G プロフィールを制御する方法が記載されているが、その様にするためのホットゾーン形状、界面形状はわからないという課題がある。

また、前記特許文献 1 に記載されている界面形状は数値解析により求められるものであって、実際の固液界面形状がその様になるとは限らないため、本手法ではホットゾーンの設計ならびにそのホットゾーンでの最適な引上げ

条件を設定できない課題がある。

[0005] 本発明の目的は、各ホットゾーン形状での無欠陥領域が最大値となる条件を求めることができるシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラム、シリコン単結晶のホットゾーンの改良方法、およびシリコン単結晶の育成方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明は、下記式（１）で与えられる参照温度と固液界面形状を境界条件として導入することにより、最適な引き上げ条件を求めることとしたことに特徴がある。

すなわち、本発明のシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムは、シリコン単結晶を育成するに際し、固液界面の固液界面高さ h と、前記シリコン単結晶の引き上げ装置を構成する熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 Gap の最適値を求めるシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムであって、

コンピュータに、

複数の前記固液界面高さ h 、および複数の前記熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 Gap に基づいて、複数の引き上げ条件を設定するステップと、

それぞれの引き上げ条件について、

総合伝熱解析を用いて、前記引き上げ装置の熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) を演算するステップと、

演算された前記熱流束 q (W/m^2) および前記結晶表面温度 T (K) に基づいて、下記式（１）で与えられる参照温度 T_{ref} (K) と、固液界面形状とを境界条件として設定するステップと、

設定された境界条件に基づいて、前記シリコン単結晶の結晶内温度分布を再演算するステップと、

再演算された前記シリコン単結晶の結晶内温度分布に基づいて、構造解析を用いて、前記シリコン単結晶内に生じる平均応力 σ_{mean} を演算するステッ

プと、

演算された前記シリコン単結晶内の平均応力 σ_{mean} 、および、再演算された前記シリコン単結晶の結晶内温度分布に基づいて、前記シリコン単結晶の引き上げ方向の欠陥分布を演算するステップと、

演算された前記シリコン単結晶の引き上げ方向の欠陥分布に基づいて、前記シリコン単結晶の引き上げ方向の無欠陥領域を求めるステップと、
を実行させ、

求められたそれぞれの引き上げ条件における前記シリコン単結晶の引き上げ方向の無欠陥領域の大きさに基づいて、前記熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ および前記固液界面高さ h の二次元マップ上に、前記無欠陥領域の等高線を生成するステップと、

生成された二次元マップ上の等高線に基づいて、最大の前記無欠陥領域の大きさを与える固液界面高さ h 、および前記熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ を選択するステップと、
を実行させることを特徴とする。

ここで、平均応力 σ_{mean} は、

$\sigma_{\text{mean}} = (\sigma_{rr} + \sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz}) / 3$ により求められる。そして、 σ_{rr} 、 $\sigma_{\theta\theta}$ ならびに σ_{zz} は、 r 面、 θ 面そして z 面に垂直な応力成分である。

[0007] [数1]

$$T_{\text{ref}} = \sqrt[4]{T^4 - \frac{q}{\varepsilon \sigma}} \quad \cdot \cdot \cdot (1)$$

[0008] 但し、

$\varepsilon = 0.55$: シリコン単結晶の熱輻射率

$\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ (W/m}^2\text{/K}^4\text{)}$: ステファーン-ボルツマン係数

[0009] 本発明のシリコン単結晶のホットゾーンの改良方法は、複数のホットゾーン形状について、前述したシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムを用いて、コンピュータに前記シリコン単結晶の引き上げ条件を演算し、演算

されたそれぞれのホットゾーンにおける無欠陥領域の最大値から、最適なホットゾーンを選択することを特徴とする。

[0010] 本発明によれば、設定されたそれぞれの引き上げ条件について、参照温度を用いてシリコン単結晶の結晶内温度分布を演算し、演算された結晶内温度分布に基づいて、シリコン単結晶内の平均応力を演算している。そして、精度の高い結晶内温度分布と平均応力効果に基づいて、点欠陥分布を演算することができるため、無欠陥領域の最大値を把握することができ、これを熱遮蔽板と液面との距離 $G a p$ 、および固液界面高さ h の二次元マップ上に、無欠陥領域の等高線を生成することができる。したがって、生成された二次元マップ上の等高線に基づいて、最大の無欠陥領域の大きさを与える固液界面高さ h 、および熱遮蔽板と液面との距離 $G a p$ を選択して、最適な引き上げ条件を求めることができる。

[0011] 本発明のシリコン単結晶の育成方法は、
シリコン単結晶を育成するシリコン単結晶の育成方法であって、
前述したシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムを用いて、コンピュータに前記シリコン単結晶の引き上げ条件を演算する工程と、
演算された最適な固液界面高さ h および前記熱遮蔽板とシリコン単結晶の液面との距離 $G a p$ に基づいて、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。

[0012] 本発明のシリコン単結晶の育成方法は、
シリコン単結晶を育成するシリコン単結晶の育成方法であって、
前述したシリコン単結晶のホットゾーンの改良方法を用いて、複数のホットゾーン形状について、前記シリコン単結晶の引き上げ条件を演算する工程と、
演算された最適な固液界面高さ h および前記熱遮蔽板とシリコン単結晶の液面との距離 $G a p$ に基づいて、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。

[0013] この発明によれば、前述したシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラ

ムおよびホットゾーンの改良方法を用いることにより、最適な固液界面高さ h および熱遮蔽板と液面との距離 $G a p$ を選択した上で、シリコン単結晶の引き上げを行うことができるため、シリコン単結晶の引き上げ速度の影響を少なくして、安定したシリコン単結晶を育成することができる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明の実施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2]前記実施形態における引き上げ条件演算プログラムの実行手順を示すフローチャート。

[図3]前記実施形態におけるシリコン単結晶の結晶内温度分布を表すグラフ。

[図4]前記実施形態におけるシリコン単結晶内の平均応力の分布を示す模式図。

[図5]前記実施形態におけるシリコン単結晶の半径方向位置と、シリコン単結晶の成長速度に応じた 1000°C における熱平衡濃度に対する空孔もしくは格子間シリコンの過剰量（相対空孔過飽和度）を示すグラフ。正が空孔優勢、負が格子間シリコン優勢の領域である。

[図6A]シリコン単結晶の半径方向位置と、シリコン単結晶の直胴位置における、実際の点欠陥分布を示す写真。

[図6B]シリコン単結晶の半径方向位置と、シリコン単結晶の直胴位置における、従来の方法により演算された点欠陥分布を示す模式図。

[図6C]シリコン単結晶の半径方向位置と、シリコン単結晶の直胴位置における、前記実施形態により演算された点欠陥分布を示す模式図。

[図7]本実施形態による熱遮蔽板と液面との距離 $G a p$ および固液界面高さ h に応じた無欠陥領域を示す二次元マップ。

[図8]本実施形態によるホットゾーンを変更した場合の熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ および固液界面高さ h に応じた無欠陥領域を示す二次元マップ。

発明を実施するための形態

[0015] [1] シリコン単結晶の引き上げ装置 1 の構造

図 1 には、本発明の実施形態に係るシリコン単結晶の育成方法を適用できるシリコン単結晶の引き上げ装置 1 の構造を表す模式図が示されている。引き上げ装置 1 は、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。

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加熱装置としてのヒータ 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。

[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 を囲む円筒状の冷却装置としての水冷体 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、筒状の熱遮蔽板 12 が配置されている。

熱遮蔽板 12 は、育成中のシリコン単結晶 10 に対して、ルツボ 3 内のシリコン融液 9 やヒータ 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、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。

[0019] チャンバ2の上部には、Arガス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13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14が設けられている。

ガス導入口13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10と水冷体11との間を下降し、熱遮蔽板12の下端とシリコン融液9の液面との隙間を経た後、熱遮蔽板12の外側、さらにルツボ3の外側に向けて流れ、その後にルツボ3の外側を下降し、排気口14から排出される。

[0020] このような引き上げ装置1を用いたシリコン単結晶10の育成の際、チャンバ2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3に充填した多結晶シリコンなどの固形原料をヒータ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10を育成する。

[0021] このような引き上げ装置1によりシリコン単結晶を育成する際、シリコン融液9のメニスカス線と、シリコン単結晶の固液界面との間の固液界面高さ h と、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapとの最適値を求めるには、図2に示されるフローチャートに基づくシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムをコンピュータに実行させ、最適な固液界面高さ h と、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapを求め、シリコン単結晶10の引き上げを行う。

[0022] 具体的には、コンピュータに演算させる各ステップは、図2に示すように、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapおよび固液界面高さ h を変更した複数の引き上げ条件の設定（ステップS1）を行い、それぞれの引き上げ条件について、熱流束および結晶表面温度の演算（ステップS2）、結晶内温度分布の演算（ステップS3）、平均応力の演算（ステップS

4)、点欠陥分布の演算(ステップS5)、および無欠陥領域の演算(ステップS6)を行う。

そして、すべての引き上げ条件について無欠陥領域の演算が終了したら(ステップS7)、求められた前記シリコン単結晶の引き上げ方向の無欠陥領域の大きさに基づいて、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gap、および前記固液界面高さhの二次元マップ上に無欠陥領域の等高線を作成する(ステップS8)。

[0023] 作成されたマップに基づいて、最大の無欠陥領域の大きさを与える、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との最適な距離Gap、および固液界面高さhを選択する(ステップS9)。

最後に、選択されたシリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapに熱遮蔽板12を配置し、結晶回転速度、ルツボ3の回転数、磁場強度等を調整して固液界面高さhを設定し、シリコン単結晶10を育成する工程を実施する(ステップS10)。

以下、演算処理を行うステップについて詳述する。

[0024] [2] 引き上げ条件の設定(ステップS1)

まず、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapと、固液界面高さhを複数設定し、複数の引き上げ条件の設定を行う。具体的には、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapについて7水準、固液界面高さhについて7水準を設定し、 $7 \times 7 = 49$ 水準の引き上げ条件の設定を行う。なお、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapおよび固液界面高さhの水準は、任意に設定することができる。固液界面高さhの設定は、結晶回転速度、ルツボ3の回転数、磁場強度等を考慮して適宜変更して設定する。固液界面高さhの設定が不明の場合は、シリコン単結晶10の直径(mm) $\div$ (−20) からシリコン単結晶10の直径(mm) $\div$ 10の範囲としてもよい。

また、ホットゾーンの形状水準としては、熱遮蔽板12の形状、水冷体11の形状・位置も考慮することができる。

[0025] [3] 総合伝熱解析による熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) の演算 (ステップ S2)

引き上げ装置 1 内の熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) は、総合伝熱解析を用いて演算する。熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) の演算は、STR ジャパン株式会社の熱流動解析プログラム CGSim を用いてコンピュータに演算させることができる。

具体的には、CGSim では、以下の式 (2) ~ 式 (9) に基づいて、熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T_1 (K) の演算を行う。

[0026] [数2]

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \bar{u}) = 0 \quad \cdot \cdot (2)$$

[0027] [数3]

$$\frac{\partial (\rho \bar{u})}{\partial t} + (\bar{u} \cdot \nabla) \rho \bar{u} = -\nabla p + \nabla \cdot \tau + (\rho - \rho_0) \bar{g} + \bar{j} \times \vec{B} + S_u \quad \cdot \cdot (3)$$

[0028] [数4]

$$\frac{\partial (\rho c_p T)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho c_p \bar{u} T) = \nabla \cdot (\lambda_{\text{eff}} \nabla T) - \nabla \cdot \vec{q}_{\text{rad}} + S_T \quad \cdot \cdot (4)$$

[0029] [数5]

$$\nabla \cdot (\sigma \nabla \Phi) = \nabla \cdot (\sigma \cdot (\bar{u} \times \vec{B})) \quad \cdot \cdot (5)$$

[0030] [数6]

$$\frac{\partial (\rho \phi_i)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \bar{u} \phi_i) = \nabla \cdot (D_{\phi_i \text{eff}} \nabla \phi_i) + S_{\phi_i} \quad \cdot \cdot (6)$$

[0031] [数7]

$$\rho = \frac{p_0 m}{R_g T_1} \quad \cdot \cdot (7)$$

[0032]

[数8]

$$\tau_{ij} = \mu_{\text{eff}} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) - \frac{2}{3} \mu_{\text{eff}} \delta_{ij} \nabla \cdot \bar{u} \quad \cdot \cdot (8)$$

[0033] [数9]

$$\vec{J} = \sigma \left(-\nabla \Phi + \bar{u} \times \vec{B} \right) \quad \cdot \cdot (9)$$

[0034] ここで、

ρ : 密度

ρ_0 : 参照密度

ベクトル u : 引き上げ速度

τ : 応力テンソル

ベクトル g : 重力ベクトル

$\mu_{\text{eff}} = \mu_{\text{molecular}} + \mu_t$: 有効動的粘性率 (分子粘性と乱流粘性の和)

c_p : 比熱

T : 温度

ϕ_i : i th passive species

λ_{eff} : 有効熱伝導率

である。

[0035] 具体的な熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) の演算例としては、

Global modelling of heat transfer in crystal growth furnaces

F.DUPRET, P.NICODEME, Y.RYCKMANS, P.WOUTERS, M.J.CROCHET

Int.J.Heat Mass Transfer. Vol.33 No.9, pp, 1849-1871, 1990

に詳細に説明してある。

ステップS2の実行により、シリコン単結晶10の結晶表面温度の分布、および周囲の熱流束が求められる。

[0036] [4] シリコン単結晶10の結晶内温度分布の再計算 (ステップS3)

[3] により引き上げ装置 1 の熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) が演算されたら、下記式 (10) で与えられる参照温度 T_{ref} (K) と、固液界面形状とを境界条件として設定し、シリコン単結晶 10 の結晶内温度分布を、CGSim を用いて再演算する。

[0037] [数10]

$$T_{ref} = \sqrt[4]{T^4 - \frac{q}{\varepsilon \sigma}} \quad \dots (10)$$

[0038] 但し、

$\varepsilon = 0.55$: シリコン単結晶の熱輻射率

$\sigma = 5.67 \times 10^{-8}$ ($W/m^2/K^4$) : ステファーン-ボルツマン係数

シリコン単結晶 10 の結晶内部温度分布の再演算は、シリコン単結晶 10 の温度分布が引き上げ軸 7 に対称であり、定常状態であり、シリコン単結晶 10 内の熱の発生、消失がないものと仮定し、円柱座標系 (r, θ, z) の式 (11) で与えられる伝熱方程式を解くことにより演算することができる。

[0039] [数11]

$$\frac{\partial}{\partial r}(\rho C r u T) + \frac{\partial}{\partial z}(\rho C r w T) = \frac{\partial}{\partial r} \left(\lambda r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda r \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad \dots (11)$$

[0040] 但し、結晶内温度分布 T (K) は変数であり、 ρ (密度)、 C (熱容量)、 λ (熱伝導率) は物性値である。また、速度ベクトル $V = (u, v, w)$ であり、 u, v は、下記式 (12)、式 (13) で与えられる。

[0041] [数12]

$$u = -\frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial z} \quad \dots (12)$$

$$w = \frac{1}{r} \frac{\partial \phi}{\partial r} \quad \dots (13)$$

[0042] なお、シリコン単結晶10の引き上げ速度 v のみを考える場合、 $u=0$ 、 $w=v_0$ であり、式(12)および式(13)は、容易に解くことができ、下記式(14)を用いて事前に与えればよい。

[0043] [数13]

$$\phi = \frac{1}{2} r^2 v_0 \quad \cdot \cdot (14)$$

[0044] 式(10)で与えられる参照温度 T_{ref} と、与えた固液界面形状に応じた境界条件に基づいて、式(11)で与えられる伝熱方程式を解くことにより、シリコン単結晶10の結晶内温度分布 T が演算される。

ステップS3の実行により、図3に示すように、シリコン単結晶10の結晶内温度分布が求められる。

[0045] [5] シリコン単結晶10内の引き上げ方向に作用する平均応力の演算(ステップS4)

シリコン単結晶10内の引き上げ方向に作用する平均応力は、構造解析ソフトABAQUSを用いて演算することができる。なお、構造解析方法としては、有限要素法、有限体積法、有限差分法等種々の方法を用いることができる。

演算に用いる物性値としては、下記(15)から式(20)を用いることができる。

[0046] [数14]

$$\left(\frac{1}{C_{11}} \right) \frac{d C_{11}}{d T} = -9.4 \times 10^{-5} (1/K) \quad \cdot \cdot (15)$$

$$\left(\frac{1}{C_{12}} \right) \frac{d C_{12}}{d T} = -9.8 \times 10^{-5} (1/K) \quad \cdot \cdot (16)$$

$$\left(\frac{1}{C_{44}} \right) \frac{d C_{44}}{d T} = -8.3 \times 10^{-5} (1/K) \quad \cdot \cdot (17)$$

[0047]

[数15]

$$\text{剛性率: } \mu_R = \left(S_{44}^I + \frac{4}{5} J \right)^{-1} \quad \cdot \cdot (1.8)$$

$$\text{ポアソン比: } \nu_R = \left(-S_{12}^I - \frac{J}{5} \right) \left(S_{11}^I - \frac{2}{5} J \right)^{-1} \quad \cdot \cdot (1.9)$$

$$\text{ヤング率: } E_R = \left(S_{11}^I - \frac{2}{5} J \right)^{-1} \quad \cdot \cdot (2.0)$$

[0048] ステップS4の実行により、図4に示すように、シリコン単結晶10の引き上げ方向に沿った平均応力の分布が求められる。図4中の数値は平均応力値 (au) を示し、正が引っ張り応力、負が圧縮応力である。

[0049] [6] シリコン単結晶10の引き上げ方向の点欠陥分布の演算 (ステップS4)

シリコン単結晶10内部の欠陥分布の演算は、[4]で演算されたシリコン単結晶10の結晶内温度分布Tと、[5]で演算されたシリコン単結晶10の引き上げ方向の平均応力とに基づいて、式(2.1)から式(2.5)を基礎式として求められる。

[0050] [数16]

$$J_{I,V} = -D_{I,V} \nabla C_{I,V} - \frac{D_{I,V} C_{I,V} Q_{I,V}^*}{K_B T^2} \nabla T \quad \cdot \cdot (2.1)$$

[0051] [数17]

$$\frac{\partial C_{I,V}}{\partial t} = -\nabla J_{I,V} - V \frac{\partial C_{I,V}}{\partial z} - K_{IV} (C_V C_I - C_V^{\text{eq}} C_I^{\text{eq}}) \quad \cdot \cdot (2.2)$$

[0052]

[数18]

$$K_{IV} = 4 \pi (D_V + D_I) a_c \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G_{IV}}{k_B T}\right) \quad \cdot (23)$$

$$C_V^{eq} = C_{V,0} \exp\left(\frac{E_V^f + a_V \sigma_{mean}}{-k_B T}\right) \quad \cdot (24)$$

$$C_I^{eq} = C_{I,0} \exp\left(\frac{E_I^f + a_I \sigma_{mean}}{-k_B T}\right) \quad \cdot (25)$$

[0053] 式(21)は、シリコン単結晶10の温度勾配下における拡散フラックスを表す。式(22)の第1項は、拡散による点欠陥の濃度変化(拡散項)を示し、第2項は、シリコン単結晶10が引き上げによって移動することによる濃度移動の効果(移流項)を示す。式(22)の第3項は、空孔と格子間シリコンの間の対消滅反応項である。

式(23)は、対消滅反応の反応定数を示し、 ΔG_{IV} は、対消滅の障壁エネルギー、 a_c は対消滅が生じる臨界距離である。

[0054] シリコン単結晶10の自由表面における点欠陥濃度は、その位置の温度における熱平衡濃度であるという境界条件のもとで式(22)を解くことにより、成長中の点欠陥濃度を求めることができる。

なお、計算モデルにより予測される点欠陥濃度分布と、実験による対応の良否は、以下の12個のパラメータの設定に依存する。

C_{Vmp} , E_{Vmp}^f , C_{Imp} , E_{Imp}^f : 融点における熱平衡度と形成エネルギー

D_{Vmp} , E_{Vmp}^m , D_{Imp} , E_{Imp}^m : 融点における拡散係数と活性化エネルギー

ΔH_{VI} , ΔS_{VI} : 対消滅反応の障壁エネルギー ΔG_{IV} のエンタルピーおよびエントロピー

Q_I^* , Q_V^* : 輸送熱

a_v , a_i : 応力係数

[0055] ステップS5を実行することにより、図5に示すように、シリコン単結晶10の半径方向位置と、シリコン単結晶10の成長速度に応じた点欠陥分布

が求められる。

図6Aは $780^{\circ}\text{C} \times 3\text{hr}$ と $1000^{\circ}\text{C} \times 16\text{hr}$ の熱処理後のX線透過写真で結晶中の点欠陥分布を示し、図6B、図6Cは相対空孔過飽和度の等高線を示す。

ここで、実際の点欠陥分布が、図6Aに示す状態にあった場合において、参照温度 T_{ref} および応力効果を加味しないと、演算された点欠陥分布は、図6Bに示すように、実際の点欠陥分布とは大きく異なってしまう。

これに対して、本実施形態では、参照温度 T_{ref} と応力効果を加味しているため、図6Cに示すように、実際の点欠陥分布に極めて近い点欠陥分布を求めることができる。

[0056] [7] シリコン単結晶10の無欠陥領域の演算（ステップS6）

シリコン単結晶10の無欠陥領域の演算は、[6]で求めたシリコン単結晶10の引き上げ方向の点欠陥の濃度分布に基づいて、所定の閾値以下となる点欠陥濃度分布の領域を無欠陥領域として求める。具体的には、本実施形態では、格子間欠陥領域が $-0.2129 \times 10^{13} / \text{cm}^3$ 以下、空孔欠陥領域が $0.5787 \times 10^{13} / \text{cm}^3$ 以下となる領域を無欠陥領域として求めている。

シリコン単結晶10の無欠陥領域の演算により無欠陥領域を求めると、図5に示す領域Z1に示すように、シリコン単結晶10の半径方向位置に応じた無欠陥領域の分布を取得することができる。

[0057] [8] 二次元マップ上への等高線作成（ステップS8）、および最適なシリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapと、固液界面高さhの選択（ステップS9）

すべての引き上げ条件について、無欠陥領域の大きさが求められたら、図7または図8に示すように、シリコン融液9の液面と熱遮蔽板12との距離Gapと固液界面高さhの二次元マップ上に無欠陥領域の等高線を生成する（ステップS8）。

次に、図7に示される等高線に基づいて、最も無欠陥領域の大きい部分に

おけるシリコン融液 9 の液面と熱遮蔽板 1 2 との距離 G_{ap} と固液界面高さ h を選択する（ステップ S 9）。具体的には、無欠陥領域の最も大きい Z 1 内の一点として、シリコン融液 9 の液面と熱遮蔽板 1 2 との最適な距離 G_{max} 、最適な固液界面高さ h_{max} を選択する。

最後に、引き上げ装置 1 において、シリコン融液 9 の液面と熱遮蔽板 1 2 との距離 G_{ap} を最適な距離 G_{max} に設定し、シリコン単結晶 1 0 の結晶回転速度、ルツボ 3 の回転数、磁場強度等を変更し、固液界面高さ h を h_{max} に設定した後、シリコン単結晶 1 0 の育成を行う（ステップ S 1 0）。

[0058] また、図 7 および図 8 のように、それぞれのホットゾーンにおけるシリコン融液 9 の液面と熱遮蔽板 1 2 との距離 G_{ap} と固液界面高さの h の二次元マップ上の無欠陥領域の等高線の最大値を比較することにより、ホットゾーンの変更が無欠陥領域を拡大できるか否かを確認することができる。

符号の説明

[0059] 1 …引き上げ装置、2 …チャンバ、3 …ルツボ、3 A …石英ルツボ、3 B …黒鉛ルツボ、4 …支持軸、5 …ヒータ、6 …断熱材、7 …引き上げ軸、8 …種結晶、9 …原料融液、1 0 …シリコン単結晶、1 1 …水冷体、1 2 …熱遮蔽板、1 3 …ガス導入口、1 4 …排気口。

請求の範囲

[請求項1]

シリコン単結晶を育成するに際し、固液界面の固液界面高さ h と、前記シリコン単結晶の引き上げ装置を構成する熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ の最適値を求めるシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムであって、

コンピュータに、

複数の前記固液界面高さ h 、および複数の前記熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ に基づいて、複数の引き上げ条件を設定するステップと、

それぞれの引き上げ条件について、

総合伝熱解析を用いて、前記引き上げ装置の熱流束 q (W/m^2) および結晶表面温度 T (K) を演算するステップと、

演算された前記熱流束 q (W/m^2) および前記結晶表面温度 T (K) に基づいて、下記式 (1) で与えられる参照温度 T_{ref} (K) と、固液界面形状とを境界条件として設定するステップと、

設定された境界条件に基づいて、前記シリコン単結晶の結晶内温度分布を再演算するステップと、

再演算された前記シリコン単結晶の結晶内温度分布に基づいて、構造解析を用いて、前記シリコン単結晶内に生じる平均応力 σ_{mean} を演算するステップと、

演算された前記シリコン単結晶内の平均応力 σ_{mean} 、および、再演算された前記シリコン単結晶の結晶内温度分布に基づいて、前記シリコン単結晶の引き上げ方向の欠陥分布を演算するステップと、

演算された前記シリコン単結晶の引き上げ方向の欠陥分布に基づいて、前記シリコン単結晶の引き上げ方向の無欠陥領域を求めるステップと、

を実行させ、

求められたそれぞれの引き上げ条件における前記シリコン単結晶の

引き上げ方向の無欠陥領域の大きさに基づいて、前記熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ および前記固液界面高さ h の二次元マップ上に、前記無欠陥領域の等高線を生成するステップと、

生成された二次元マップ上の等高線に基づいて、最大の前記無欠陥領域の大きさを与える固液界面高さ h 、および前記熱遮蔽板とシリコン融液の液面との距離 $G a p$ を選択するステップと、

を実行させることを特徴とするシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラム。

ここで、平均応力 σ_{mean} は、

$\sigma_{mean} = (\sigma_{rr} + \sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz}) / 3$ により求められる。そして、 σ_{rr} 、 $\sigma_{\theta\theta}$ ならびに σ_{zz} は、 r 面、 θ 面そして z 面に垂直な応力成分である。

[数1]

$$T_{ref} = \sqrt[4]{T^4 - \frac{q}{\varepsilon \sigma}} \quad \cdot \cdot \cdot (1)$$

但し、

$\varepsilon = 0.55$: シリコン単結晶の熱輻射率

$\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ (W/m}^2\text{/K}^4\text{)}$: ステファーン-ボルツマン係数

[請求項2]

複数のホットゾーン形状について、請求項1に記載のシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムを用いて、コンピュータに前記シリコン単結晶の引き上げ条件を演算し、演算されたそれぞれのホットゾーンにおける無欠陥領域の最大値から、最適なホットゾーンを選択することを特徴とする、シリコン単結晶のホットゾーンの改良方法。

[請求項3]

シリコン単結晶を育成するシリコン単結晶の育成方法であって、請求項1に記載のシリコン単結晶の引き上げ条件演算プログラムを用いて、コンピュータに前記シリコン単結晶の引き上げ条件を演算す

る工程と、

演算された最適な固液界面高さ h および前記熱遮蔽板とシリコン単結晶の液面との距離 $G a p$ に基づいて、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育成方法。

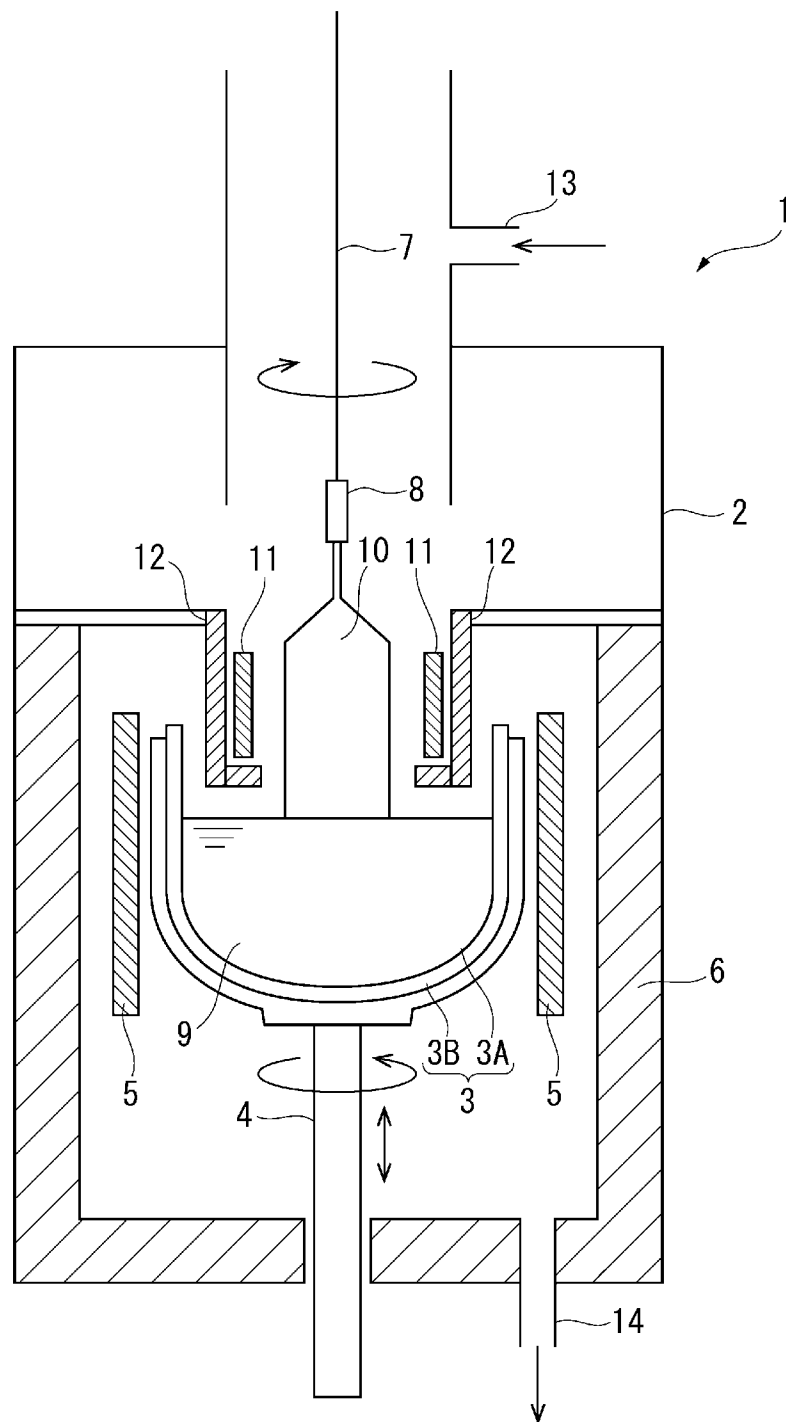
[請求項4]

シリコン単結晶を育成するシリコン単結晶の育成方法であって、

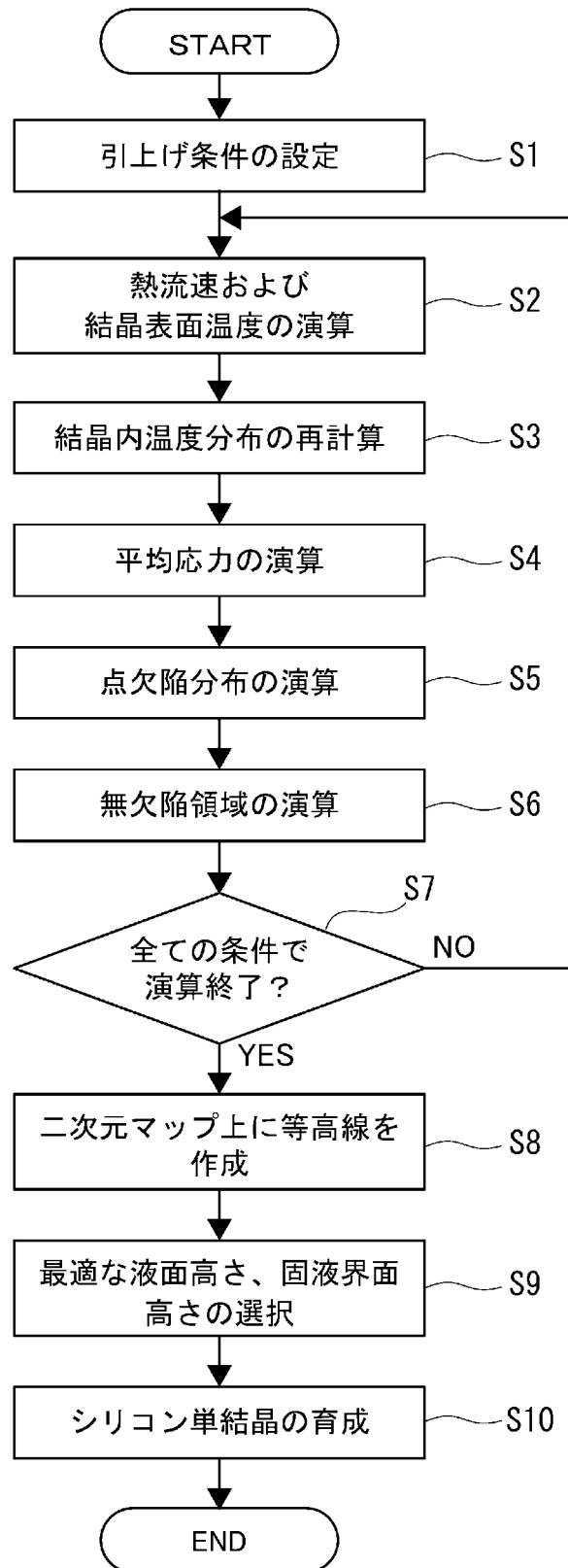
請求項2に記載のシリコン単結晶のホットゾーンの改良方法を用いて、複数のホットゾーン形状について、前記シリコン単結晶の引き上げ条件を演算する工程と、

演算された最適な固液界面高さ h および前記熱遮蔽板とシリコン単結晶の液面との距離 $G a p$ に基づいて、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育成方法。

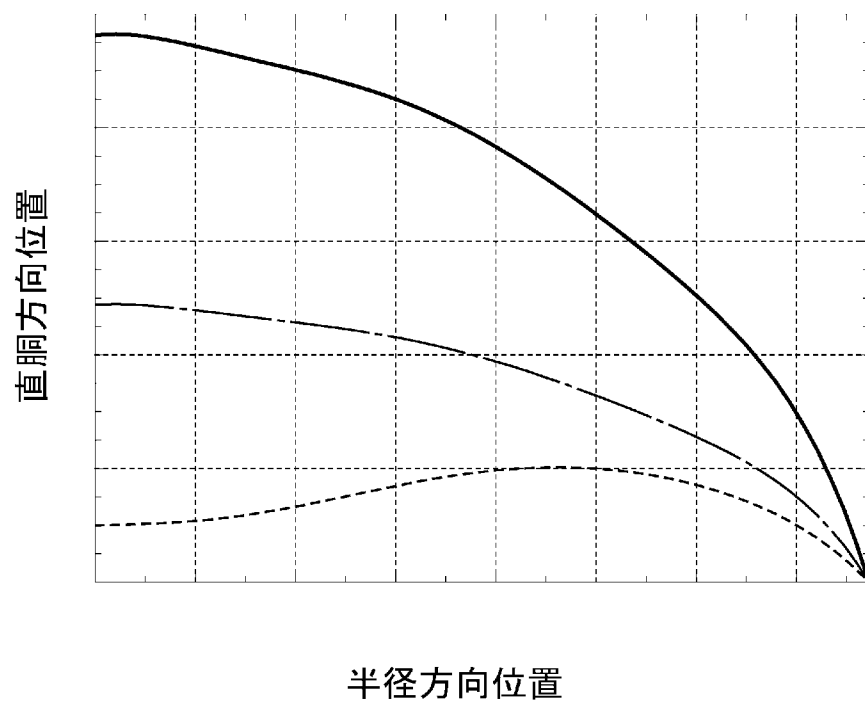
[図1]



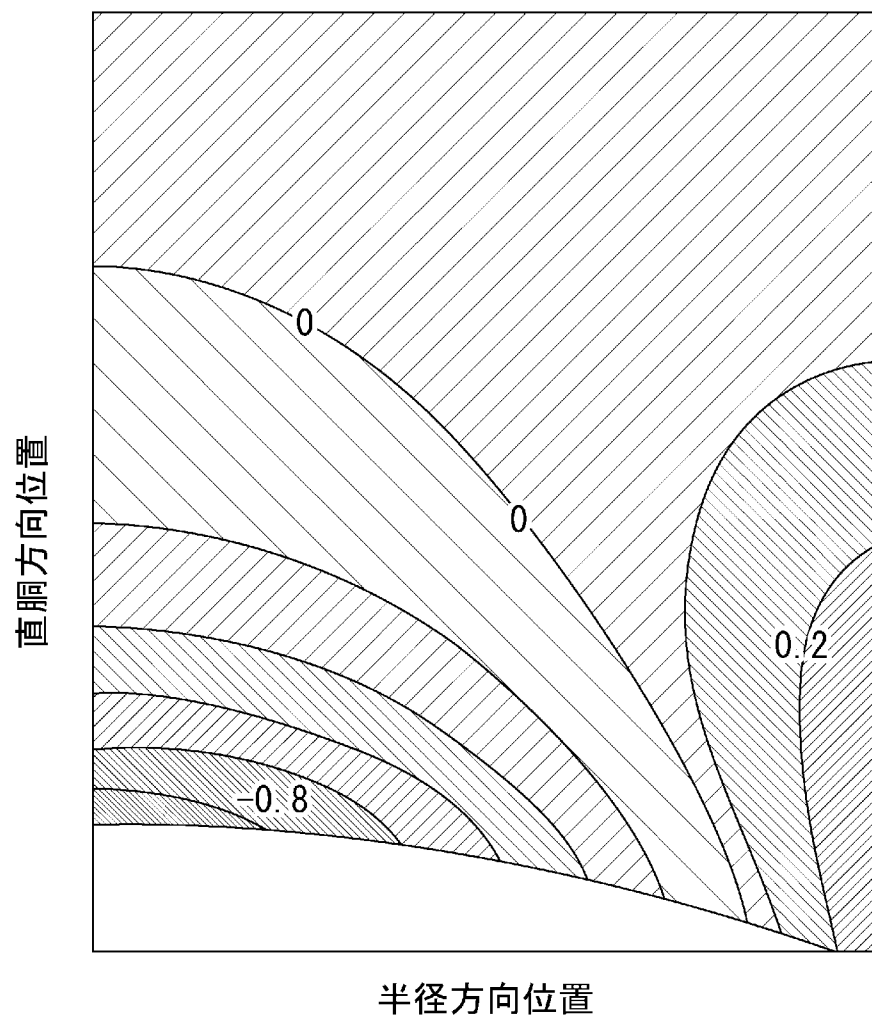
[図2]



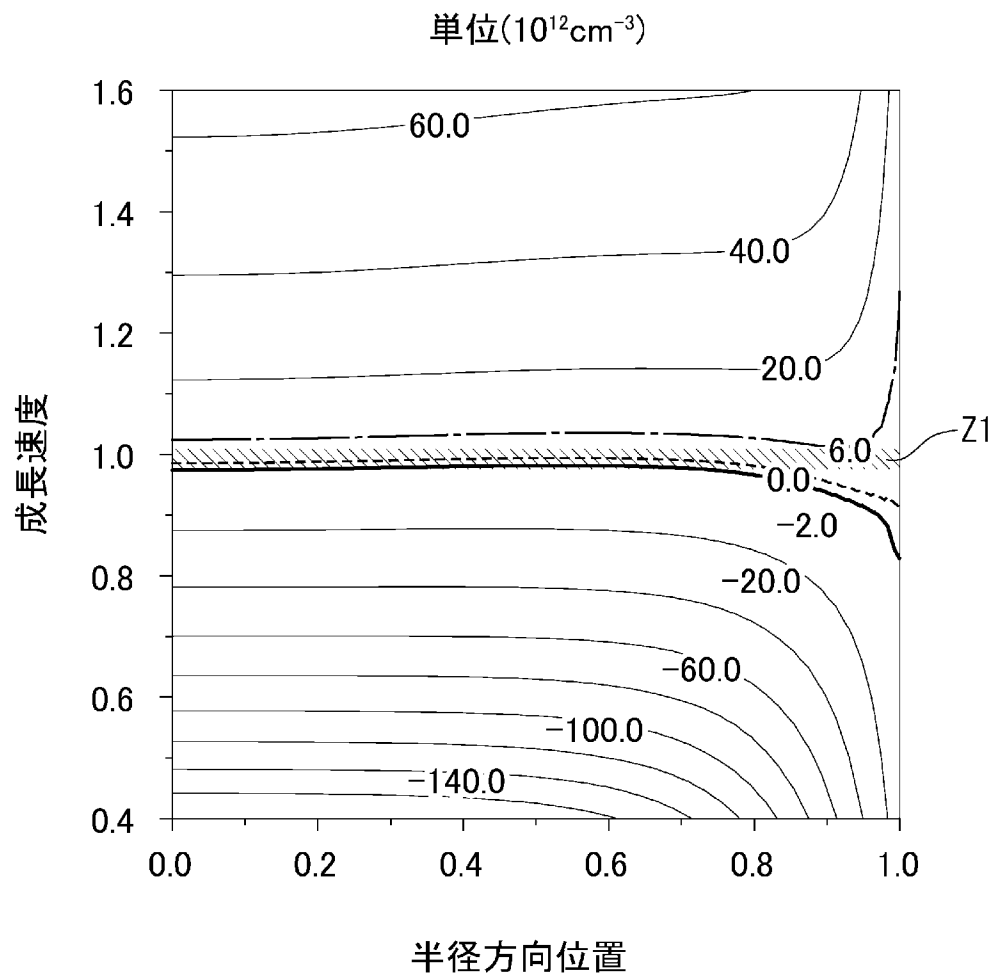
[図3]



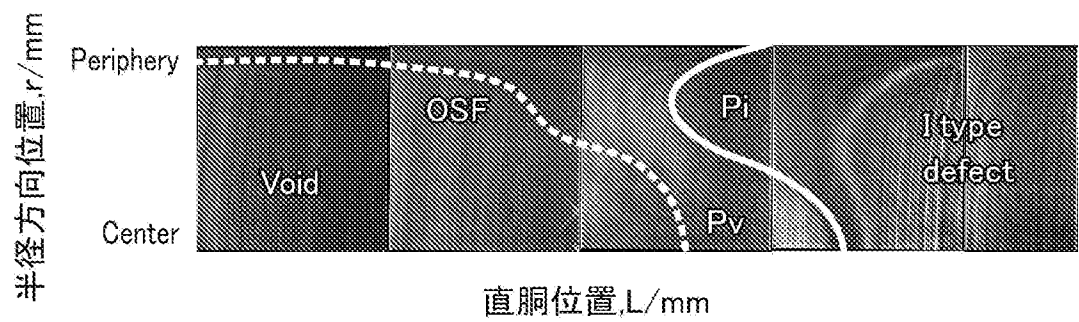
[図4]



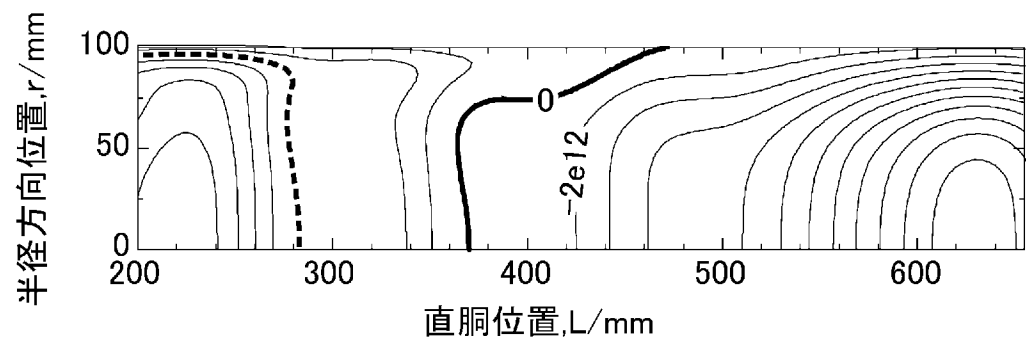
[図5]



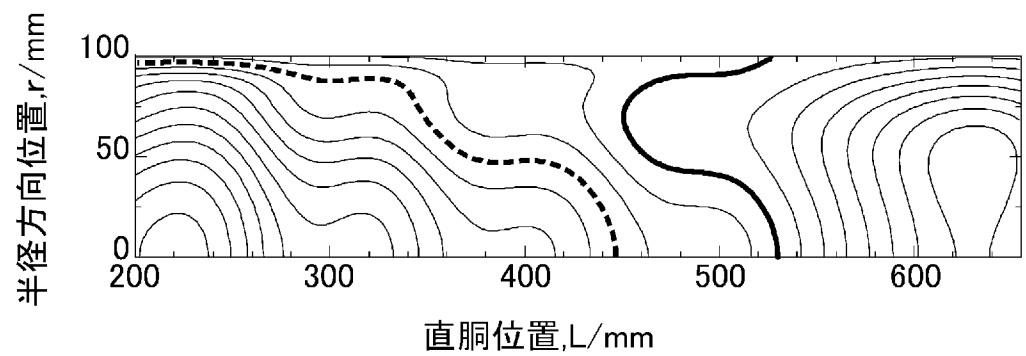
[図6A]



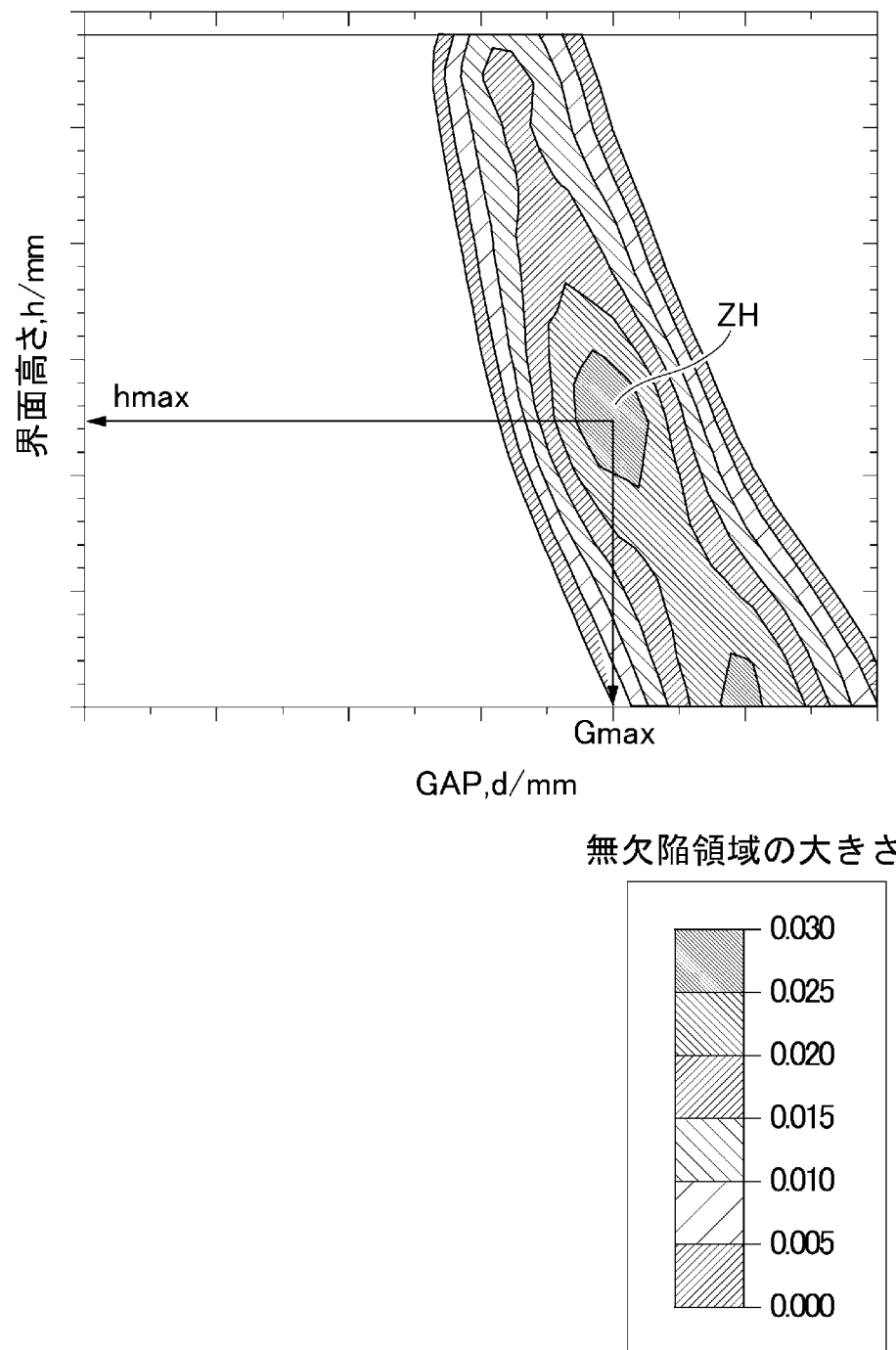
[図6B]



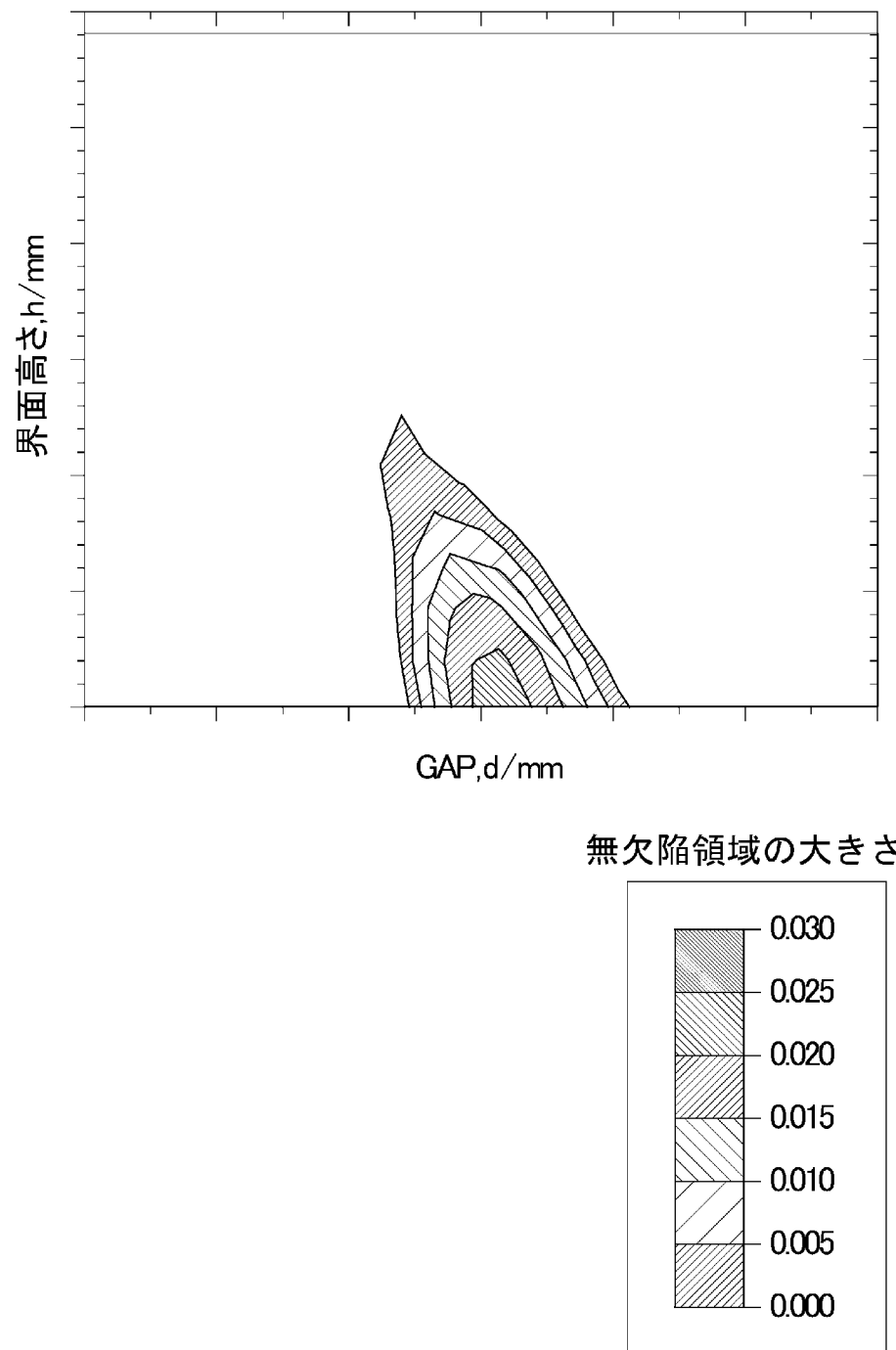
[図6C]



[図7]



[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/044012

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C30B29/06 (2006.01) i, C30B15/22 (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)

Int.Cl. C30B29/06, C30B15/22

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JST7580/JSTChina (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 4819833 B2 (SILTRONIC AG.) 24 November 2011, claim 1 & US 2008/0187736 A1, claim 1 & DE 102007005346 A & CN 101302646 A	1-4
A	JP 2010-275170 A (SUMCO CORP.) 09 December 2010, claim 1 (Family: none)	1-4
A	JP 2007-261846 A (SUMCO TECHXIV CORP.) 11 October 2007, claim 1 & US 2007/0227439 A1, claim 1	1-4
A	JP 2006-225194 A (SUMCO CORP.) 31 August 2006, claim 1 & US 2006/0191469 A1, claim 1	1-4
A	JP 2001-261495 A (KOMATSU ELECTRONIC METALS CO., LTD.) 26 September 2001, claims 1-3 & US 2003/0041796 A1, claims 1-3 & WO 2001/071069 A1 & EP 1270769 A1	1-4

☐ 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
15 February 2018 (15.02.2018)

Date of mailing of the international search report
06 March 2018 (06.03.2018)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

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, C30B15/22 (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, C30B15/22

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	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018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)

JSTPlus/JST7580/JSTChina (JDreamIII)

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
A	JP 4819833 B2 (ジルトロニック アクチエンゲゼルシャフト) 2011.11.24, 請求項 1 & US 2008/0187736 A1, 請求項 1 & DE 102007005346 A & CN 101302646 A	1-4
A	JP 2010-275170 A (株式会社SUMCO) 2010.12.09, 請求項 1 (フ ァミリーなし)	1-4
A	JP 2007-261846 A (SUMCO TECHXIV株式会社) 2007.10.11, 請求項 1 & US 2007/0227439 A1, 請求項 1	1-4

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

15.02.2018

国際調査報告の発送日

06.03.2018

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)

神▲崎▼ 賢一

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4G

6109

C (続き) . 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
A	JP 2006-225194 A (株式会社 S U M C O) 2006. 08. 31, 請求項 1 & US 2006/0191469 A1, 請求項 1	1-4
A	JP 2001-261495 A (コマツ電子金属株式会社) 2001. 09. 26, 請求項 1 - 3 & US 2003/0041796 A1, 請求項 1 - 3 & WO 2001/071069 A1 & EP 1270769 A1	1-4