

(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11月19日(19.11.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/173998 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/06 (2006.01) **C30B 15/20** (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/001319
- (22) 国際出願日: 2015年3月11日(11.03.2015)
- (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 2014-098976 2014年5月12日(12.05.2014) JP
- (71) 出願人: 信越半導体株式会社(SHIN-ETSU HAN-DOTAI CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 高沢 雅紀(TAKAZAWA, Masanori); 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫(YOSHIMIYA, Mikio); 〒1100005 東京都台東区上野7丁目6番11号第一下谷ビル8F 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, 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))

(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

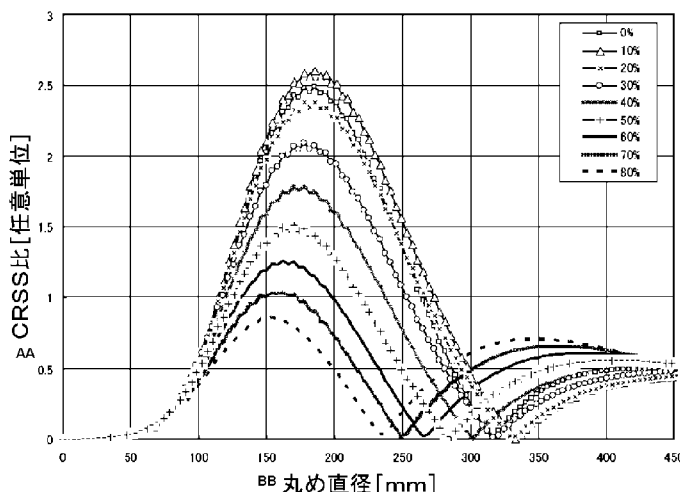


FIG. 1:
AA CRSS ratio[arbitrary unit]
BB Round diameter [mm]

(57) Abstract: The present invention provides a method for growing a silicon single crystal, characterized in that the diameter at which the value of the ratio of the equivalent stress and the critical resolved shear stress in a rounded part peaks during annealing of the silicon single crystal in the after-heat step is predetermined, and the rounded part is grown under conditions such that the interstitial oxygen concentration at the position of the predetermined diameter is 8.8×10^{17} atoms/cm³ (ASTM '79) or higher in the rounding step. This makes it possible, in the production of a silicon single crystal by the CZ method, to suppress the occurrence of slip dislocation in the rounded part of the silicon single crystal in the after-heat step for annealing the crystal after the end of the rounding step, and to efficiently grow a silicon single crystal of high weight and great diameter.

(57) 要約: 本発明は、アフターヒート工程におけるシリコン単結晶を徐冷する際の、丸め部における相当応力と臨界分解剪断応力の比の値が最大となる直径を予め決定し、丸め工程において、決定した直径の位置の格子間酸素濃度が 8.8×10^{17} atoms/cm³ (ASTM '79) 以上となるような条件で丸め部を育成することを特徴とするシリコン単結晶の育成方法である。これにより、CZ法によるシリコン単結晶の製造において、丸め工程終了後に、結晶を徐冷するアフターヒート工程において、シリコン単結晶の丸め部にスリップ転位が発生することを抑制し、効率良く高重量、大直径のシリ

コン単結晶を育成することができる。

WO 2015/173998 A1

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（Czochralski method、以下、CZ法と略称する）によるシリコン単結晶の育成方法に関する。

背景技術

[0002] 従来、CZ法によるシリコン単結晶の製造においては、シリコン単結晶の小片を種結晶として用い、これを原料融液（シリコン融液）に接触させた後、回転させながらゆっくりと引き上げることでシリコン単結晶棒（インゴット）を育成させている。

[0003] この際、種結晶を原料融液に接触（シーディング、種付）させた後に、熱衝撃により種結晶に高密度で発生するスリップ転位（単にスリップとも言う）から伝播により生ずる転位を消滅させるために、種結晶を絞り込むテーパ状の絞り込み部とそれに続く直径を3mm程度に一旦細くした絞り部（ネック部）を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行うことが多い（ダッシュネッキング法）。

[0004] このように種結晶の原料融液への接触を行い、ネッキングを行った後、所望の直径になるまで単結晶を太らせて拡径部（コーン部とも呼ばれる）を形成する（コーン工程）。次いで直胴部を育成させ（直胴工程）、そして直胴部の直径を徐々に縮径させながら丸め部を育成させる（丸め工程）。育成したシリコン単結晶を融液から切り離し、シリコン単結晶を徐冷する（アフターヒート工程）。このようにして無転位のシリコン単結晶を育成させている。

[0005] 従来、このような無転位のシリコン単結晶を引き上げるための技術が種々提案されている。

例えば、特許文献1には、シーディング（種付）時の転位の増殖を抑えるために、ネッキング中に取り込まれる好ましい格子間酸素濃度が開示されて

いる。

- [0006] また近年、半導体デバイス用シリコンウェーハの大口径化が進み、直径300mm以上、さらには直径450mmのウェーハの需要が高まっている。それを受けて直径450mmのシリコンウェーハ製造用のシリコン単結晶の製造が増加している。

先行技術文献

特許文献

- [0007] 特許文献1：特開平11-349398号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0008] 従来、このような大口径の、特に直径450mm以上のシリコン単結晶の製造を行うと、丸め工程まではシリコン単結晶を無転位で育成することができ、丸め工程終了後にシリコン単結晶を徐冷するアフターヒート工程において、育成した丸め部にスリップ転位が後発的に導入され、その導入されたスリップ転位が製品部分である直胴部まで伸張してしまうことがあった。そのため、歩留りを著しく低下させる問題があった。

- [0009] そこで本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであって、CZ法によるシリコン単結晶の製造において、丸め工程終了後に、結晶を徐冷するアフターヒート工程において、シリコン単結晶の丸め部に、スリップ転位が発生することを抑制し、高重量、大直径のシリコン単結晶を歩留り良く育成することができるシリコン単結晶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

- [0010] 上記目的を達成するために、本発明は、チョクラルスキー法により、種結晶を原料融液に接触させ、コーン工程で拡張部を育成し、直胴工程で前記拡張部に続いて直胴部を育成し、丸め工程で前記直胴部の直径を徐々に縮径して丸め部を形成し、前記融液からシリコン単結晶を切り離した後、アフターヒート工程で前記シリコン単結晶を徐冷して、シリコン単結晶を育成するシ

リコン単結晶育成方法であって、

前記アフターヒート工程における前記シリコン単結晶を徐冷する際の、前記丸め部における相当応力と臨界分解剪断応力の比の値が最大となる直径を予め決定し、

前記丸め工程において、前記決定した直径の位置の格子間酸素濃度が $8 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM '79) 以上となるような条件で前記丸め部を育成することを特徴とするシリコン単結晶の育成方法を提供する。

[0011] このような方法であれば、格子間酸素濃度を上記のように制御するので、アフターヒート工程においてスリップ転位が丸め部に発生するのを効果的に抑制することが可能である。そのため、高重量、大直径のシリコン単結晶を歩留り良く育成することができる。

なお、本明細書中では、臨界分解剪断応力を CRSS (Critical Resolved Shear Stress) と言うことがあり、相当応力と臨界分解剪断応力の比の値 (相当応力を臨界分解剪断応力で割った値) を CRSS 比と言うことがある。

[0012] このとき、前記コーン工程において、前記シリコン単結晶の前記拡径部の直径が 450 mm 以上となるように育成することができる。

このように、本発明は、特に 450 mm 以上のような大口径のシリコン単結晶の育成におけるアフターヒート工程において、丸め部に導入されるスリップ転位を効果的に抑制することができる。

[0013] また、このとき、前記丸め工程において、前記シリコン単結晶の前記丸め部の長さが 450 mm 以下となるように育成することができる。

このような条件にすることで、アフターヒート工程においてシリコン単結晶の丸め部に導入されるスリップ転位を効果的に、より確実に抑制することができる。

[0014] またこのとき、前記アフターヒート工程において、前記アフターヒート工程の時間が 2.5 時間以上であり、前記アフターヒート工程終了時に前記融

液の表面から前記決定した直径の位置までの高さを186mm以上となるようにすることができる。

このような条件にすることで、アフターヒート工程においてシリコン単結晶の丸め部に導入されるスリップ転位を効果的に、より確実に抑制することができる。

発明の効果

[0015] 以上のように、本発明によれば、CZ法によるシリコン単結晶の育成における、アフターヒート工程において、丸め部に導入されるスリップ転位を抑制することができるので、高重量、大直径のシリコン単結晶を歩留まり良く育成することができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]数値解析により求めたアフターヒート工程におけるCRSS比（相当応力と臨界分解剪断応力の比）の、結晶育成方向での分布の一例を示すグラフである。

[図2]丸め部の長さと、CRSS比（相当応力と臨界分解剪断応力の比）ピーク位置での丸め部の直径との関係の一例を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、本発明について、実施態様の一例として、図や表を参照しながら詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

前述したように、大口径の、特に直径450mmのシリコン単結晶の育成を行うと、丸め工程まではシリコン単結晶は無転位で育成するが、丸め終了後にシリコン単結晶を徐冷するアフターヒート工程においてシリコン単結晶の丸め部にスリップ転位が導入され、その導入されたスリップ転位が製品部分である直胴部まで伸張してしまい、歩留まりを著しく低下させる問題があった。

[0018] そこで本発明者は、アフターヒート工程で丸め部に導入されるスリップ転位について鋭意研究を行った。その結果、アフターヒート工程においてシリコン単結晶を徐冷する際に、丸め部における相当応力と臨界分解剪断応力の

比の値が最大となる直径のところが、スリップ転位が導入される起点（スリップ起点とも称す）になりやすいことを発見した。

そこで、予めアフターヒート工程で相当応力と臨界分解剪断応力の比の値が最大となる直径を決定し、丸め工程において、前記決定した直径の位置の格子間酸素濃度が $8.8 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM '79) 以上となるような条件で丸め部を育成することで、アフターヒート工程において丸め部にスリップ転位が導入されることを防止できることを見出し本発明を完成させた。

[0019] 以下、本発明のシリコン単結晶の育成方法について詳述する。

本発明のシリコン単結晶の育成方法はチョクラルスキー法によるものである。使用するシリコン単結晶製造装置は特に限定されず、例えば従来から使用されているものと同様のものを使用することができる。なお、例えば、磁界をかけながらシリコン単結晶の引上げを行う、MCZ法 (Magnetic Field Applied Czochralski method : 磁界下引上げ法) に対応した製造装置を採用することもできる。

[0020] (原料投入工程)

まず、装置内に収容した石英ルツボ内に原料となるシリコン多結晶原料を投入する。

[0021] (種付け工程)

原料をヒーターにより溶融して原料融液を得た後、シリコン単結晶の小片を種結晶として用い、これを原料融液に接触させた後、回転させながらゆっくりと引き上げることでシリコン単結晶を育成する。

この際、種結晶を原料融液に接触させた後に、熱衝撃により種結晶に高密度で発生するスリップ転位から伝播により生ずる転位を消滅させるために、種結晶を絞り込むテーパ状の絞り込み部とそれに続く直径を3mm程度に一旦細くした絞り部を形成するいわゆる種絞りを行うことができる (ダッシュネッキング法)。

または、このような種絞りを行わず、先端が尖った種結晶を用意して原料

融液に静かに接触して所定径まで浸漬させてから引き上げを行う無転位種付け法を適用してシリコン単結晶を引上げることもできる。

[0022] (コーン工程)

所望の直径になるまで単結晶を太らせて拡径部を形成する。

なお、本発明において拡径部を太らせて形成する大きさは特に限定されないが、450mm又はそれ以上まで育成することができる。

(直胴部工程)

拡径部に続いて直胴部を育成する。

[0023] (丸め工程)

丸め工程を開始する前に、アフターヒート工程におけるシリコン単結晶を徐冷する際の、丸め部における相当応力と臨界分解剪断応力の比の値が最大となる直径を予め決定しておく。この直径の決定は丸め工程の前に行えば良く、上記工程の前後のどこで行っても良い。例えばこの直径を以下に詳述するようにしてシミュレーションによって決定できる。

[0024] その後、直胴部の直径を徐々に縮径させながら丸め部を育成する。

このときに、前記決定した直径の位置の格子間酸素濃度が $8.8 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM' 79) 以上となるような条件で丸め部を育成する。

このようにすることで、アフターヒート工程においてCRSS比が最大となる位置に生じるスリップ転位を効果的に抑制することができるので、高重量、大直径のシリコン単結晶を無転位で効率良く育成することができる。

[0025] また、このときに丸め部の長さを450mm以下とすることが好ましい。

このようにすることで、アフターヒート工程においてシリコン単結晶の丸め部に導入されるスリップ転位を効果的に、より確実に抑制することができる。

[0026] 丸め部における前記決定した直径の位置の格子間酸素濃度を制御する具体的な方法は特に限定されないが、例えば、引き上げるシリコン単結晶の回転速度(SR)(すなわち、種結晶の回転速度でもある)を制御することによ

り、拡径部の格子間酸素濃度を制御することができる。また、その他の、シリコン単結晶中の格子間酸素濃度を高められる方法であればどのような方法でもよく、例えば、ルツボの回転速度（CR）を高回転にしても良いし、Arガスの流速を低速化しても良いし、引上炉の炉内圧を高くしても良いし、石英ルツボ内に石英材を投入しても良い。また、これらの具体的な条件は実験的に決定することができる。

[0027] （アフターヒート工程）

上記のように丸め部を育成し、原料融液からシリコン単結晶を切り離した後、シリコン単結晶を引き上げながら徐々に冷却する。

この際に、アフターヒート工程の設定時間が2.5時間以上であることが好ましい。さらにこの設定時間の場合に、アフターヒート工程終了時に融液の表面から決定した前記直径の位置までの高さを186mm以上となるような引上げ速度とすることが好ましい。

このようにすれば、スリップ転位をより確実に抑制できる。

[0028] 以下では、実験結果を交えて、アフターヒート工程において、丸め部における相当応力と臨界分解剪断応力の比の値が最大となる直径の位置にスリップ転位が導入されることについて詳述する。

[0029] （実験1）

CZ法により、種結晶を原料融液に接触させ、拡径部の直径を450mmまで育成させた。拡径部に続いて、直胴部を育成し、その後、丸め部をその長さが350mmになるまで育成した。そして、シリコン単結晶を融液から切り離し、その後のアフターヒート工程で引上げ速度を0.5mm/分、アフターヒート設定時間を5時間とし、複数本のシリコン単結晶の育成を行った。

[0030] 形成したシリコン単結晶の丸め部にはアフターヒート工程で、スリップ転位が発生した。このとき発生したスリップ転位の位置（スリップ起点と称す）と、スリップ起点におけるシリコン単結晶の格子間酸素濃度、さらにスリップ転位発生率を求め、その結果を表1に示した。ここで、スリップ転位発

生率とは、シリコン単結晶の育成本数に対する、スリップ転位が発生したシリコン単結晶の本数の割合を表した値である。

[0031] [表1]

丸め部の長さ	アフターヒート 引上げ速度	アフターヒート 設定時間	融液からのスリップ起点 までの高さ		格子間 酸素濃度	スリップ起点 直径	スリップ転位 発生率
[mm]	[mm/分]	[時間]	アフターヒート 開始時[mm]	アフターヒート 終了時[mm]	atoms/cm ³ (ASTM 79).	[mm]	%
350	0.5	5.0	142	292	6.4×10^{17}	185	100
					7.2×10^{17}	185	100
					8.0×10^{17}	185	85

[0032] 表1に示すように、スリップ転位の起点は実験1で育成したいずれのシリコン単結晶においても丸め部の直径185mmの位置であることが分かった。また、スリップ転位発生率は85—100%と極めて高かった。

[0033] 発明者は丸め工程ではなくアフターヒート工程で、シリコン単結晶の丸め部にスリップ転位が発生したということから、丸め部に導入されたスリップ転位はアフターヒート工程におけるシリコン単結晶を徐冷する過程における熱応力によって生じたものであると推定した。

[0034] そこで、発明者はアフターヒート工程において丸め部に導入されたスリップ転位が、アフターヒート工程においてシリコン単結晶を徐冷する際の熱応力によるものであるかを調べるために、以下の実験2を行った。

[0035] (実験2)

実験1の条件(丸め部の長さを350mm、引上げ速度を0.5mm/分、アフターヒート設定時間を5時間)でシリコン単結晶を育成させる場合について、数値解析を行った。

[0036] なお、本発明者は、以下のようにして数値解析を行った。

まず、FEMAG(総合伝熱解析ソフト:F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849(1990))を用いた総合伝熱解析によりシリコン単結晶内の温度分布を求め、この温度分布を元にANSYS(米国ANSYS Inc. 製)を用いて重力を考慮した応力解析を行うことにより、

シリコン単結晶内部の相当応力を求めた。これを、温度依存性を持つ臨界分解剪断応力（CRSS）で割り、この値（CRSS比）の結晶育成方向分布を算出した。このようなシミュレーション解析方法としたのは、引き上げ中のシリコン単結晶は内部に温度分布を持つため、単に相当応力を比較するだけでは、シリコン単結晶の有転位化のし易さを評価できないためである。

[0037] 上記のようにして数値解析を行った結果、図1を得た。凡例は、アフターヒート設定時間に対して、経過した時間の割合を示したものである。図1から示されるようにアフターヒート工程におけるCRSS比の最大となる（CRSS比ピーク値ともいう）丸め部の直径が185mmの位置にあることが分かる。この結果は、実験1により求められたスリップ転位の起点が丸め部の直径が185mmの位置にあるという結果と整合している。これらのことから、アフターヒート工程において、シリコン単結晶の丸め部のCRSS比の値が最大となる直径の位置にスリップ転位が熱応力によって導入されるということが分かる。

[0038] そこで本発明では、シリコン単結晶中に不純物として存在する酸素が、シリコン単結晶の強度を上げ、シリコン単結晶にスリップ転位が発生することを抑制するという効果を応用することで、丸め部の無転位育成後のアフターヒート工程で丸め部にスリップ転位が導入されることを抑制することにした。

実施例

[0039] 以下、本発明の実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0040] （実施例1）

CZ法により、石英ルツボ内の原料融液からコーン工程、直胴工程、丸め工程を行い、その後、アフターヒート工程を行い複数のシリコン単結晶を得た。

なお、直胴工程では直胴直径を450mmとなるようにし、丸め工程では丸め部の長さを350mmとなるようにし、アフターヒート工程では引上げ

速度 0.5 mm/分、設定時間を 5.0 時間としてシリコン単結晶を上げた。

また、アフターヒート工程で丸め部の CRSS 比が最大となる丸め部の直径を予め数値解析により求めた。その結果、アフターヒート工程で CRSS 比が最大となるのは、丸め部の直径が 185 mm の位置であることが求められた。

なお、実施例では、丸め工程の際に、シリコン単結晶と石英ルツボの回転速度を調整することにより、アフターヒート工程で丸め部の CRSS 比が最大となる丸め部の直径の位置における格子間酸素濃度を調整した。実施例 1 では具体的には、前記求めた位置の格子間酸素濃度を 8.8×10^{17} 、 9.6×10^{17} 、 11.2×10^{17} 、 12.8×10^{17} と、 8.8×10^{17} [atoms/cm³ (ASTM '79)] 以上になるように制御し丸め工程を行った。上記条件によって得られた結果を表 2 に示す。

[0041] [表2]

丸め部の長さ	アフターヒート 引上げ速度	アフターヒート 設定時間	融液からの CRSS 比ピーク値の 丸め部直径の位置までの高さ		格子間 酸素濃度	スリップ転位 発生率
[mm]	[mm/分]	[時間]	アフターヒート 開始時[mm]	アフターヒート 終了時[mm]	atoms/cm ³ (ASTM '79).	%
350	0.5	5.0	142	292	8.8×10^{17}	0
					9.6×10^{17}	0
					11.2×10^{17}	0
					12.8×10^{17}	0

[0042] 表 2 に示すように、上記条件で育成したシリコン単結晶のスリップ転位発生率はどの場合も 0% と、比較例に比べて非常に良好であった。

[0043] (実施例 2)

丸め工程で丸め部の長さを 350 から 460 mm の範囲で変化させ、その際にアフターヒート工程で丸め部の CRSS 比が最大となる丸め部の直径の位置における格子間酸素濃度を 8.8×10^{17} [atoms/cm³ (ASTM '79)] になるように制御し丸め工程を行った以外は、実施例 1 と同様にしてシリコン単結晶の育成を行った。

また、丸め部の長さ、CRSS 比ピーク位置での丸め部の直径との関係

を数値解析により求め、図2に示した。図2に示すように丸め部の長さが変化すると、CRSS比ピーク位置の丸め部直径の値が変化することが分かる。

上記条件によって得られた結果を表3に示す。

[0044] [表3]

丸め部の長さ	アフターヒート 引上げ速度	アフターヒート 設定時間	CRSS比 ピーク直径	融液からのCRSS比ピーク値の 丸め部直径の位置までの高さ		CRSS比 ピーク値	格子間 酸素濃度	スリップ転位 発生率
[mm]	[mm/分]	[時間]	[mm]	アフターヒート 開始時[mm]	アフターヒート 終了時[mm]	[任意単位]	atoms/cm ³ (ASTM'79)	%
350	0.5	5.0	185.0	142.0	292.0	2.49	8.8×10^{17}	0
400			143.0	125.4	275.4	2.56	8.8×10^{17}	0
450			112.0	111.0	261.0	2.63	8.8×10^{17}	0
460			107.0	108.0	258.0	2.68	8.8×10^{17}	10.2

[0045] 表3に示したようにCRSS比が最大となる丸め部の直径の位置の格子間酸素濃度を、 $8.8 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM'79) としたことにより、スリップ発生率を低く抑えることができた。このときさらに、丸め部の長さを450mm以下にすることで、アフターヒート工程において丸め部にスリップ転位が導入されることをより確実に抑制することができる。ただし、丸め部の長さが460mmのように450mmを上回るような条件で育成を行ったとしても、従来に比べて良好な結果が得られることは言うまでもない。

[0046] (実施例3)

丸め工程において丸め部の長さを350から450mmの範囲で変化させ、その際にアフターヒート工程で丸め部のCRSS比が最大となる丸め部の直径の位置における格子間酸素濃度を $8.8 \times 10^{17} [\text{atoms/cm}^3 \text{ (ASTM'79)}]$ になるように制御し丸め工程を行った。アフターヒート工程においては、アフターヒート設定時間を1.0から4.0時間の範囲で変化させ、アフターヒート工程終了時の融液からCRSS比ピーク位置の丸め部直径の位置までの高さを変化させた。上記の条件以外は、実施例1と同様にしてシリコン単結晶の育成を行った。

上記条件によって得られた結果を表4に示す。

[0047]

[表4]

丸め部の長さ	アフターヒート 引上げ速度	アフターヒート 設定時間	CRSS比 ピーク直径	融液からのCRSS比ピーク値の 丸め部直径の位置までの高さ		CRSS比 ピーク値	格子間 酸素濃度	スリップ転位 発生率
[mm]	[mm/分]	[時間]	[mm]	アフターヒート 開始時[mm]	アフターヒート 終了時[mm]	[任意単位]	atoms/cm ³ (ASTM' 79).	%
350	0.5	1.0	185.0	142.0	172.0	2.49	8.8×10^{17}	10.9
400			143.0	125.4	155.4	2.56	8.8×10^{17}	10.1
450			112.0	111.0	141.0	2.63	8.8×10^{17}	9.2
350	0.5	2.5	185.0	142.0	217.0	2.49	8.8×10^{17}	0
400			143.0	125.4	200.4	2.56	8.8×10^{17}	0
450			112.0	111.0	186.0	2.63	8.8×10^{17}	0
350	0.5	4.0	185.0	142.0	262.0	2.49	8.8×10^{17}	0
400			143.0	125.4	245.4	2.56	8.8×10^{17}	0
450			112.0	111.0	231.0	2.63	8.8×10^{17}	0

[0048] 表4に示したように、アフターヒート工程設定時間を2.5時間以上でさらに、アフターヒート工程終了時の、CRSS比の最大となる直径の位置のメルトからの距離が186.0mm以上となるようにすれば、アフターヒート工程においてスリップ転位が丸め部に導入されることをより確実に抑制することができる。ただし、アフターヒート工程設定時間を2.5時間を下回る（例えば表4の1.0時間）、あるいはアフターヒート工程終了時のCRSS比の最大となる直径の位置の融液からの距離が186.0mm未満となるような条件（例えば表4の172.0mmなど）で育成を行ったとしても、従来に比べて良好な結果が得られることは言うまでもない。

[0049]（比較例）

[0050] 一方、比較例では、実施例1のような丸め部における格子間酸素濃度は特に考慮しなかったこと以外は、実施例1と同様にしてCZ法にてシリコン単結晶の育成を複数行った。なお、丸め部の長さを350mm、アフターヒート引上げ速度を0.5mm/分、アフターヒート設定時間を5.0時間としてシリコン単結晶の育成を行った。その結果を表5に示す。

[0051] [表5]

丸め部の長さ	アフターヒート 引上げ速度	アフターヒート 設定時間	融点からスリップ起点 までの高さ		格子間 酸素濃度	スリップ転位 発生率
[mm]	[mm/分]	[時間]	アフターヒート 開始時[mm]	アフターヒート 終了時[mm]	atoms/cm ³ (ASTM' 79).	%
350	0.5	5.0	142	292	6.4×10^{17}	100
					7.2×10^{17}	100
					8.0×10^{17}	85

[0052] 表5に示すように、上記条件にてシリコン単結晶の育成を行った結果、アフターヒート工程においてスリップ転位が導入された。その位置は丸め部の直径185mmの位置であった。

この丸め部のスリップ転位が導入された位置における格子間酸素濃度は、表5に示すように、実施例1と異なり、いずれも $8.8 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM '79) 未満であった。その結果、表5に示すように、スリップ発生率が85%から100%と実施例1と比べて非常に悪かった。

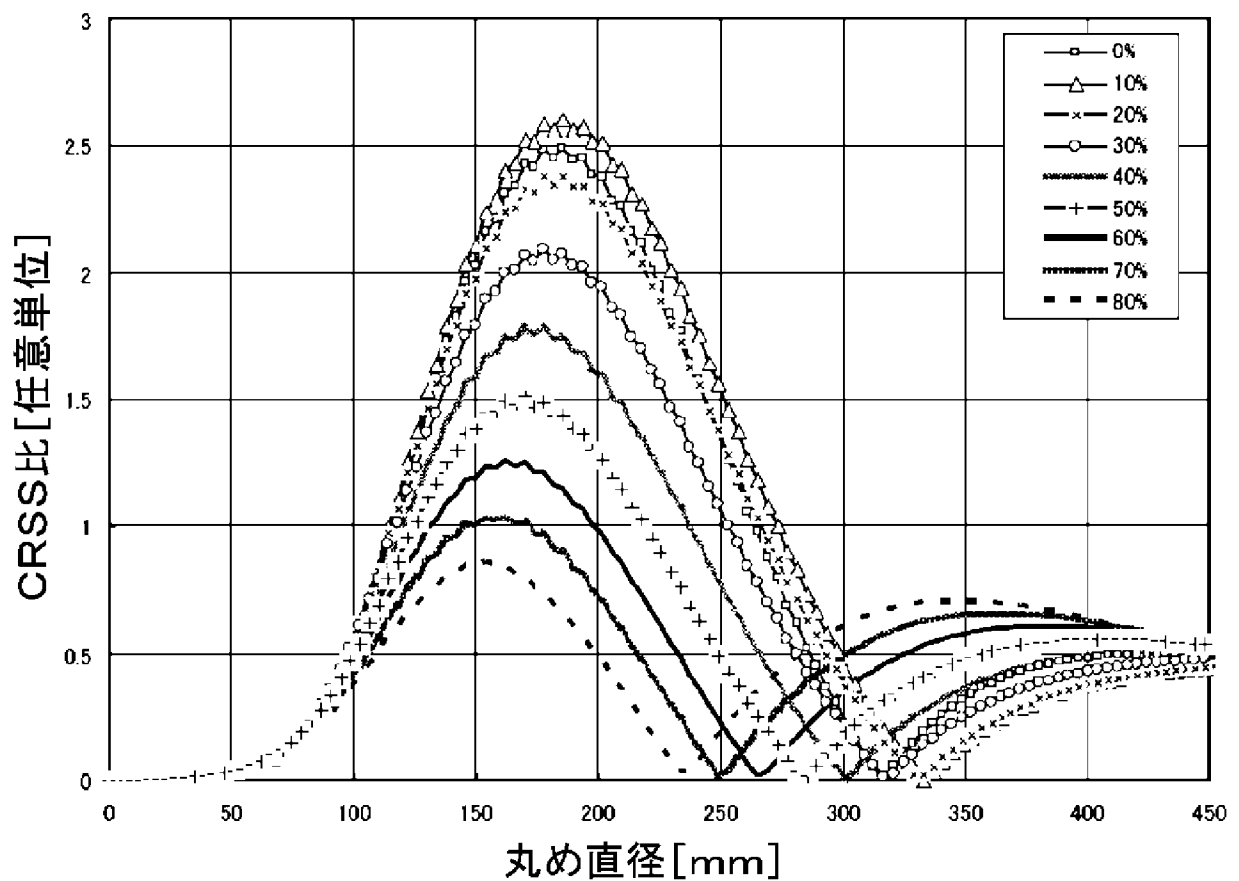
[0053] 丸め工程では、石英ルツボ中のシリコン融液の量が少なく、石英ルツボとシリコン融液との接触面積が小さくなることに加え、結晶直径の減少に伴い、自由メルト表面積が拡大し、融液中の酸素の蒸発が増大するため、融液中の酸素濃度が低下する。従って、通常、単結晶の丸め部の酸素濃度は直胴部より大幅に低い。本発明では、これを改善し、丸め部の酸素濃度を高めることによって、スリップ転位の発生を抑制できた。

[0054] なお、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。

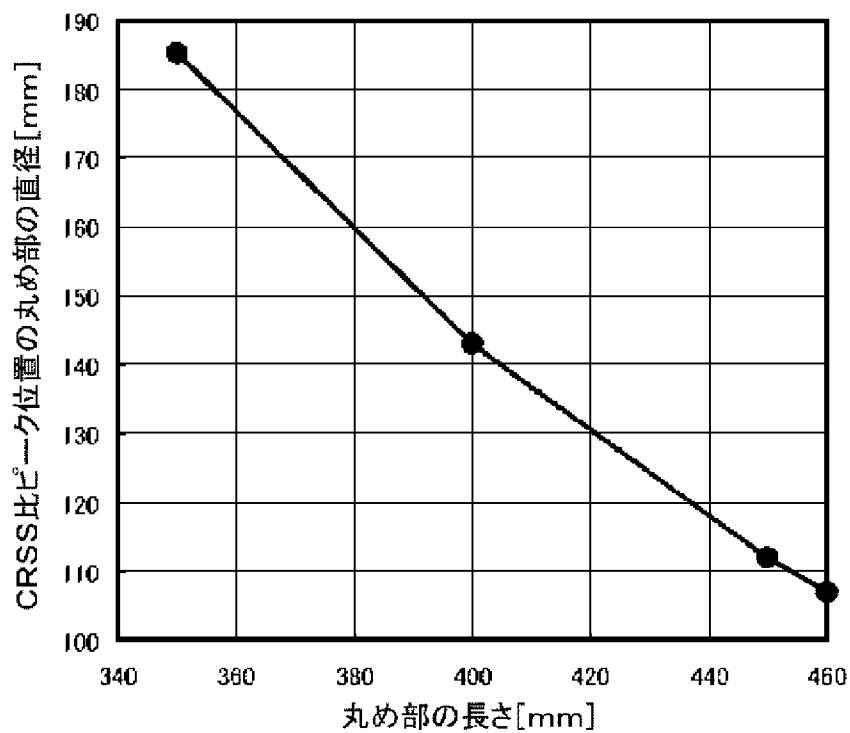
請求の範囲

- [請求項1] チョクラルスキー法により、種結晶を原料融液に接触させ、コーン工程で拡径部を育成し、直胴工程で前記拡径部に続いて直胴部を育成し、丸め工程で前記直胴部の直径を徐々に縮径して丸め部を形成し、前記融液からシリコン単結晶を切り離した後、アフターヒート工程で前記シリコン単結晶を徐冷して、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、
- 予め前記アフターヒート工程における前記シリコン単結晶を徐冷する際の、前記丸め部における相当応力と臨界分解剪断応力の比の値が最大となる直径を決定し、
- 前記丸め工程において、前記決定した直径の位置の格子間酸素濃度が $8.8 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (ASTM '79) 以上となるような条件で前記丸め部を育成することを特徴とするシリコン単結晶の育成方法。
- [請求項2] 前記コーン工程において、
- 前記シリコン単結晶の前記拡径部の直径が450mm以上となるように育成することを特徴とする請求項1に記載のシリコン単結晶の育成方法。
- [請求項3] 前記丸め工程において、
- 前記シリコン単結晶の前記丸め部の長さが450mm以下となるように育成することを特徴とする請求項1または請求項2に記載のシリコン単結晶の育成方法。
- [請求項4] 前記アフターヒート工程において、
- 前記アフターヒート工程の時間が2.5時間以上であり、
- 前記アフターヒート工程終了時に前記融液の表面から前記決定した直径の位置までの高さを186mm以上となるようにすることを特徴とする請求項1から請求項3に記載のシリコン単結晶の育成方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/001319

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/06(2006.01)i, C30B15/20(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, 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	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.
A	JP 2010-275137 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 09 December 2010 (09.12.2010), claims; paragraphs [0010] to [0016] (Family: none)	1-4
A	JP 2009-274916 A (SUMCO Corp.), 26 November 2009 (26.11.2009), claim 1; paragraphs [0007] to [0008], [0014] (Family: none)	1-4
A	JP 11-268991 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 05 October 1999 (05.10.1999), claim 1; paragraphs [0003] to [0005], [0023] & US 6153009 A & EP 947611 A2	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
25 May 2015 (25.05.15)

Date of mailing of the international search report
09 June 2015 (09.06.15)

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

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/001319

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-306640 A (Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.), 09 November 2006 (09.11.2006), claims 1, 2; paragraphs [0039] to [0040] & US 2009/0301385 A1 & WO 2006/117939 A1 & DE 112006001092 T & TW I316566 B	1-4
A	JP 2010-208894 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 24 September 2010 (24.09.2010), claim 1; paragraph [0022] (Family: none)	1-4

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, C30B15/20(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, C30B15/20

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	1971-2015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
A	JP 2010-275137 A（信越半導体株式会社）2010.12.09, 特許請求の範囲, [0010] - [0016]（ファミリーなし）	1 - 4
A	JP 2009-274916 A（株式会社SUMCO）2009.11.26, 請求項1, [0007] - [0008], [0014] （ファミリーなし）	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

25.05.2015

国際調査報告の発送日

09.06.2015

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）

安齋 美佐子

4 G

9439

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

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 11-268991 A (信越半導体株式会社) 1999. 10. 05, 請求項 1, [0003] - [0005], [0023] & US 6153009 A & EP 947611 A2	1 - 4
A	JP 2006-306640 A (コマツ電子金属株式会社) 2006. 11. 09, 請求項 1, 2, [0039] - [0040] & US 2009/0301385 A1 & WO 2006/117939 A1 & DE 112006001092 T & TW I316566 B	1 - 4
A	JP 2010-208894 A (信越半導体株式会社) 2010. 09. 24, 請求項 1, [0022] (ファミリーなし)	1 - 4