

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5890587号
(P5890587)

(45) 発行日 平成28年3月22日 (2016. 3. 22)

(24) 登録日 平成28年2月26日 (2016. 2. 26)

(51) Int. Cl.

F I

C 3 O B 29/06 (2006. 01)

C 3 O B 15/20 (2006. 01)

C 3 O B 33/02 (2006. 01)

C 3 O B 29/06 5 O 2 H

C 3 O B 29/06 A

C 3 O B 15/20

C 3 O B 29/06 5 O 2 E

C 3 O B 33/02

請求項の数 8 (全 23 頁)

(21) 出願番号 特願2015-513695 (P2015-513695)
 (86) (22) 出願日 平成26年4月15日 (2014. 4. 15)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2014/060721
 (87) 国際公開番号 W02014/175120
 (87) 国際公開日 平成26年10月30日 (2014. 10. 30)
 審査請求日 平成27年3月13日 (2015. 3. 13)
 (31) 優先権主張番号 特願2013-91332 (P2013-91332)
 (32) 優先日 平成25年4月24日 (2013. 4. 24)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000184713
 SUMCO TECHXIV株式会社
 長崎県大村市雄々原町1324番地2
 (74) 代理人 110000637
 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
 SUMCO内
 (72) 発明者 久保田 利通
 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社
 SUMCO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
 SUMCO内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶の製造方法およびシリコンウェーハの製造方法

(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シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、

種子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単結晶の製造方法であって、

前記単結晶の抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記単結晶から得られる評価シリコンウェーハに対して 1200 の水素雰囲気中で 30 秒加熱する熱処理を施した後に、当該評価シリコンウェーハに発生するピットの数 $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下となるように、前記単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を任意に制御して前記単結晶を引き上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の単結晶の製造方法において、

前記チャンバ内の前記坩堝の上方に、クーラーを配置し、

前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程において、前記単結晶を前記クーラーで冷却することで、前記単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を任意に制御することを特徴とする単結晶の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の単結晶の製造方法において、

前記チャンバ内の前記坩堝の上方に、ヒーターを配置し、

前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程において、前記単結晶を前記ヒーターで加熱することで前記単結晶の温度の下降を抑制し、前記単結晶のテール部を形成するテール部形成工程後に冷却工程を行うことで、前記単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を任意に制御することを特徴とする単結晶の製造方法。

【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単結晶の製造方法において、

前記単結晶の少なくとも一部の温度が、 570 ± 70 の範囲内となる時間が 20 分以上 200 分以下となるように前記単結晶を引き上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

10

【請求項 5】

チャンバと、

このチャンバ内に配置されシリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、

種子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て得られる単結晶を用いたシリコンウェーハの製造方法であって、

前記単結晶の抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記単結晶を引き上げ、当該単結晶の引き上げ時の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間が 20 分以上 200 分以下となり、かつ、当該単結晶から得られる評価シリコンウェーハに対して 1200 の水素雰囲気中で 30 秒加熱する熱処理を施した後に、当該評価シリコンウェーハの表面における 90 nm 以上の LPD の個数が $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下となる部分から前記シリコンウェーハを切り出すことを特徴とするシリコンウェーハの製造方法。

20

【請求項 6】

請求項 1 から請求項 4 のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法により製造された単結晶から、シリコンウェーハを切り出す第 1 工程と、

前記第 1 工程で切り出された前記シリコンウェーハを水素雰囲気中で加熱する第 2 工程と、

30

前記第 2 工程の後に、前記シリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成してエピタキシャルシリコンウェーハを製造する第 3 工程とを含むことを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

【請求項 7】

赤リンを含有し、抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下のシリコン単結晶であって、

前記シリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハに対して 1200 の水素雰囲気中で 30 秒加熱する熱処理を施した後に、当該シリコンウェーハの表面における 90 nm 以上の LPD の個数が $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下となる結晶領域からなる直胴部を有することを特徴とするシリコン単結晶。

40

【請求項 8】

請求項 7 に記載のシリコン単結晶の前記直胴部から切り出されたシリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を有することを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、赤リンが添加された低抵抗率の単結晶の製造方法、シリコンウェーハの製造方法、エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法、シリコン単結晶、および、エピタキシャルシリコンウェーハに関する。

【背景技術】

50

【0002】

例えば、パワーMOSトランジスタ用のエピタキシャルシリコンウェーハには、そのシリコンウェーハの基板抵抗率が非常に低いことが要求される。シリコンウェーハの基板抵抗率を十分に低くするために、シリコンウェーハの素材である単結晶のインゴット（以下、単結晶という）の引き上げ工程で（すなわち、シリコン結晶の育成時に）、熔融シリコンに抵抗率調整用のn型ドーパントとして砒素（As）やアンチモン（Sb）をドーブする技術が知られている。しかし、これらのドーパントは非常に蒸発しやすいので、シリコン結晶中のドーパント濃度を十分に高くすることが難しく、要求される程度に低い抵抗率をもつシリコンウェーハを製造することが難しい。

そこで、砒素（As）やアンチモン（Sb）より比較的揮発性の低い性質をもつn型ドーパントとしてリン（P）を高濃度にドーブした基板抵抗率が非常に低いシリコンウェーハが使用されつつある。

10

【0003】

一方、エピタキシャルシリコンウェーハは、高温でエピタキシャル成長が行なわれるために、単結晶の育成段階で結晶内に形成された酸素析出物（BMD）や酸素析出核などが高温熱処理によって消滅してしまい、ゲッターリング能力が低いという問題がある。

ゲッターリング不足を解消するために対策としては、ポリバックシール（PBS）法をエピタキシャル成長処理前に行う技術が知られている。ポリバックシール法とは、シリコンウェーハの裏面にポリシリコン膜を形成して、シリコンウェーハとの界面などにできる歪み場や格子不整合を利用するEG法（External Gettering）の一例である。

20

【0004】

しかしながら、ポリシリコン膜をシリコンウェーハの裏面に形成した場合、積層欠陥（スタッキングフォルト、以下、SFという）がエピタキシャル膜に多数発生し、そのSFが段差としてシリコンウェーハの表面に現れて、シリコンウェーハの表面のLPD（Light Point Defect：ライト・ポイント・デフェクト）レベルが大きく悪化するという不具合が生じることが判明した。

そこで、このような不具合を抑制するための検討がなされている（例えば、特許文献1参照）。

この特許文献1には、シリコンウェーハの裏面に、600未満でポリシリコン膜を形成することで、SFの発生を効果的に抑制できることが開示されている。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2011-9613号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、近年、基板抵抗率が0.9mΩ・cm以下のn型のシリコンウェーハのニーズが生じている。このようなニーズに対応するためには、単結晶育成時に赤リンが高濃度にドーブされたシリコンウェーハ上に、エピタキシャル膜を形成したエピタキシャルシリコンウェーハが必要となる。

40

そこで、このようなエピタキシャルシリコンウェーハを製造する際に、特許文献1に記載のような方法を適用することが考えられる。

【0007】

しかしながら、上述のように基板抵抗率が非常に低い場合には、特許文献1に記載の方法を適用しても、SFの発生が抑制できず、高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを製造できないという問題がある。

【0008】

本発明の目的は、抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを得ることが可能な単結晶の製造方法、シリコンウェーハの製造方法、エピタキシャルシリコンウ

50

エーハの製造方法、シリコン単結晶を提供することと、抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、次の知見を得た。

特許文献1に記載されているように、エピタキシャル成長後に発生しているSFは、ポリシリコン膜を形成した基板においては、エピタキシャル成長前（プリベーク後）のシリコンウェーハ表面に存在する微小ピット（微小凹部）を起点に発生している、ということが確認されている。

この微小ピットは、p型ドーパントとしてボロン（B）を高濃度に添加したシリコンウェーハにプリベーク処理を施しても観察されないことから、シリコンウェーハの結晶内に高濃度にドーブしたリンが関与している可能性が高いと考えられる。

【0010】

この微小ピットは以下のようなメカニズムで発生すると考えられる。すなわち、ポリシリコン膜形成前の段階では、シリコンウェーハの格子間には、酸素と赤リンが存在している。基板抵抗率を低くするために、シリコンウェーハ中の赤リンの濃度を高くすると、過飽和な赤リンが格子間に存在することとなる。

この状態から、ポリシリコン膜を形成するためにシリコンウェーハを加熱すると、酸素の拡散能が赤リンの拡散能よりも大きいため、酸素が格子間を移動して赤リンと結合し、酸素と赤リンのクラスター（微小析出物）が形成される。

この後、エピタキシャル成長前のプリベークを水素雰囲気中で行うと、シリコンウェーハの最表層の酸素と赤リンは外方拡散するが、クラスターは安定状態にあるため、最表層に残留する。そして、水素エッチングが行われると、シリコンウェーハの最表層とクラスターとのエッチング速度の違いから、クラスターが選択的にエッチングされ微小ピットとなる。

この微小ピットが形成されたシリコンウェーハに対してエピタキシャル成長を行うと、微小ピットが起源となってSFが発生すると考えられる。

【0011】

上述のように、SFの発生原因が、酸素と赤リンのクラスターに起因する微小ピットであると考えられることから、クラスター形成に関与する加熱が行われるポリバックシール法を適用しないことにより、SFの発生が抑制できると考えられる。ポリシリコン膜を無くすと、ゲッタリング能力が低くなるおそれがあるが、赤リンの濃度を高くすることでゲッタリング能力を維持することができる。このため、本発明者は、ポリシリコン膜を無くしても、ゲッタリング能力を低くすることなく、SFの発生を抑制できると考えた。

しかしながら、本発明者が行った実験の結果、基板抵抗率を $0.9\text{ m}\cdot\text{cm}$ 以下とするために、赤リンの濃度をさらに高くすると、ポリバックシール法を適用しただけでは、SFの発生が抑制できないことが分かり、これまでに想定し得ない結果となった。ところが、実験で育成された結晶の長さ方向のSF分布を、対応するエピタキシャルウェーハで詳細に調査したところ、図1に示すように、単結晶のうち、固化率が約60%より小さい部分では、直径200mmのシリコンウェーハ 1 cm^2 あたりのSFの個数（以下、単に、SFの個数という）が10個以上であり、固化率が前記約60%より大きい部分（点線で囲まれる部分）では、SFの個数が0個となることが分かった。すなわち、SFの個数が単結晶の固化率に依存していることが分かった。

なお、固化率とは、最初に石英坩堝に貯留されたドーパント添加融液の初期チャージ重量に対する単結晶の引上げ重量の割合をいう。ここで、SFの個数は、レーザーテック社製Magicsで欠陥の実体観察を行い、個数を測定した。

【0012】

本発明者は、上述の結果に基づき、固化率が約60%よりも小さい部分と大きい部分との相違点について検討を行った結果、結晶の受ける熱履歴が影響を与えている可能性があることに着目した。

そこで、本発明者は、固化率と熱履歴との相関を調べるための実験を行った。

【 0 0 1 3 】

< 実験 1 : 固化率と熱履歴および S F の発生個数との相関調査 >

単結晶の製造では、種結晶に連続し直径が徐々に増加する肩部を形成する工程（肩部形成工程）と、肩部に連続して形成され直径が略均一の直胴部を形成する工程（直胴部形成工程）と、直胴部の下端に連続し直径が徐々に低下してゼロになるテール部を形成する工程（テール部形成工程）とを行う。そして、テール部形成工程が終了した後、単結晶を冷却する工程（冷却工程）を行い、単結晶を引き上げ装置から取り出す。

このような製造条件のため、単結晶の下端に近くなるほど（固化率が大きくなるほど）、ドーパント添加融液から出た後の冷却時間が短くなると考えられる。

10

【 0 0 1 4 】

まず、上述の製造条件で単結晶を製造し、各固化率における各温度（ 500 ± 50 、 700 ± 50 、 900 ± 50 、 1100 ± 50 ）での滞在時間を調べた。その結果を図 2 に示す。なお、シリコンウェーハの基板抵抗率が $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるように、ドーパントとして赤リンをシリコン融液に添加して、ドーパント添加融液を生成した。また、ドーパント添加融液のチャージ量を 100 kg とした。

図 2 に示すように、二点鎖線で囲まれる部分であって、固化率が 60% より大きい部分では、固化率が 60% より小さい部分と比べて、特に 500 ± 50 の滞在時間が極端に短いことが分かった。

また、この単結晶から複数の固化率に対応するシリコンウェーハを切り出して、エピタキシャルシリコンウェーハを製造し、各エピタキシャルシリコンウェーハの S F の個数を調べた。その結果を図 2 に示す。

20

なお、エピタキシャルシリコンウェーハの製造においては、ポリシリコン膜を設けずにプリベーク処理を施した後、エピタキシャル膜を形成した。また、プリベークは、エピタキシャル膜形成前のシリコンウェーハを、 1200 の水素雰囲気中で 30 秒加熱することで行った。

図 2 に示すように、S F の個数は、単結晶の 500 ± 50 の滞在時間とほぼ相関があり、固化率が 60% より大きい部分では 0 となることが分かった。

以上から、単結晶が 500 ± 50 となる時間を短くすれば、S F の発生を抑制できることが分かった。

30

【 0 0 1 5 】

< 実験 2 : プリベーク処理前後における L P D の発生状況調査 >

まず、シリコンウェーハの L P D の評価と、シリコンウェーハに対してプリベークを行った後の L P D の評価を行った。

具体的には、まず、以下の基板条件を満たし、S F が発生する固化率での単結晶から得られた（S F が発生する固化率に対応する）シリコンウェーハと、S F が発生しない固化率に対応するシリコンウェーハとを準備した。

[基板条件]

直径： 200 mm

基板抵抗率： $0.8 \text{ m} \cdot \text{cm}$

（赤リン濃度： $9.47 \times 10^{19} \text{ atoms} / \text{cm}^3$ ）

40

次に、各シリコンウェーハの裏面（エピタキシャル膜の形成面と反対の面）に、以下の裏面酸化膜形成条件を満たす裏面酸化膜を形成した。

[裏面酸化膜形成条件]

成膜方法：C V D 法

裏面酸化膜の厚さ： 550 nm

そして、上記条件により形成された裏面酸化膜が形成された各シリコンウェーハから、当該シリコンウェーハの外周部の裏面酸化膜を除去して L P D 評価を行った。なお、L P D の評価は、以下の L P D 評価条件で行った。

[L P D 評価条件]

50

使用装置：表面検査装置（Tencor社製 SP-1）

観察モード：DWNモード

測定対象：90nm以上のLPD

図3に、SFが発生する固化率に対応するシリコンウェーハの測定結果を示す。なお、ここでは図示しないが、SFが発生しない固化率に対応するシリコンウェーハでの測定結果は、図3に示すものとほぼ同じであった。

【0016】

また、上記条件により、裏面酸化膜が形成されたシリコンウェーハに対して、以下のプリベーク条件を満たすプリベークを行った。このプリベーク条件は、エピタキシャル膜の形成工程において行われる条件を模擬したものである。

〔プリベーク条件〕

雰囲気：水素

熱処理温度：1200

熱処理時間：30秒

そして、上記条件でプリベークを行った各シリコンウェーハのLPD評価を、当該実験2の上記LPD評価条件に基づいて行った。その結果を図4および図5に示す。

【0017】

図4に示すように、SFが発生する固化率に対応するシリコンウェーハ100では、プリベーク後にLPD101が増加することが分かった。一方で、図5に示すように、SFが発生しない固化率に対応するシリコンウェーハ100では、プリベーク前後でLPD101にほとんど変化がないことが分かった。

ここで、LPDが増加した図4に示すシリコンウェーハをAFM（Atomic Force Microprobe：原子間力顕微鏡）で観察したところ、図6に示すようなピットPであることが確認された。すなわち、プリベーク後に発生するピットPを、KL A-Tencor社製SP-1のDCNモードで90nm以上のLPDとして測定できることが分かった。

【0018】

<実験3：エピタキシャル膜成長前後におけるLPDの発生状況調査>

上記実験2において、図4に示すような、SFが発生する固化率に対応するシリコンウェーハにプリベークを行った後、当該シリコンウェーハの表面に、以下のエピタキシャル膜成長条件を満たすエピタキシャル膜を形成することで、エピタキシャルシリコンウェーハを製造した。

〔エピタキシャル膜成長条件〕

ドーパントガス：フォスフィン（ PH_3 ）ガス

原料ソースガス：トリクロロシラン（ SiHCl_3 ）ガス

キャリアガス：水素ガス

成長温度：1080

エピタキシャル膜の厚さ：3μm

抵抗率（エピ膜抵抗率）：1・cm

（赤リン濃度： $4.86 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ ）

そして、上記条件で製造したエピタキシャルシリコンウェーハのLPD評価を、実験2のLPD評価条件に基づいて行った。また、このエピタキシャルシリコンウェーハのLPD評価結果と、図4に示す実験で用いたプリベーク後（であり、エピタキシャル膜成長前）のシリコンウェーハ表面のLPD評価結果とを重ね合わせて評価した。その結果を図7に示す。また、図7における二点鎖線で囲まれる領域を拡大した分布を図8に示す。

【0019】

エピタキシャルシリコンウェーハの全面にLPDが発生しているが、図7に示すように、特に、エピタキシャルシリコンウェーハの外縁からの距離が約2cm～約6cmの間の円環状の領域A1全体にLPDが多く発生することが分かった。また、図8に示すように、エピタキシャル膜成長前後で、LPDの位置がほぼ一致することが分かった。

【 0 0 2 0 】

また、エピタキシャルシリコンウェーハにおけるLPDの発生位置のうち、エピタキシャル膜成長前にもLPDが発生している位置を、以下のLPD評価条件に基づいて評価した。

[LPD評価条件]

使用装置：表面検査装置（レーザーテック社製M a g i c s）

その結果、上記評価位置には、平面視で四角形かつ断面視で三角形（すなわち、底面がエピタキシャル膜の表面と略同一面に位置し、頂点がシリコンウェーハ側に位置する略四角錐状）のフラットタイプのSFが発生していることが分かった。

【 0 0 2 1 】

<実験4：SFの発生を抑制可能な温度条件調査>

実験1と同様の条件で単結晶を製造した後、冷却工程に入らずに、テール部がドーパント添加融液から切れた状態で、かつ、テール部形成工程での加熱状態を維持したまま、単結晶の引き上げを10時間停止した。この停止状態において、各固化率での単結晶中心の温度分布は、図9に示すような分布であった。

そして、10時間経過後に単結晶を引き上げ装置から取り出し、実験1と同様の条件で（単結晶から得たシリコンウェーハに対して1200の水素雰囲気中で30秒のブリベーク処理を施した後、エピタキシャル膜を形成する条件で）エピタキシャルシリコンウェーハを製造した。そして、直径200mmの各エピタキシャルシリコンウェーハ1枚あたりのLPDの個数（以下、単にLPDの個数という）と固化率との関係を調べた。その結果を図10に示す。

ここで、LPDの個数は、K L A - T e n c o r社製S P - 1のDCNモードで測定したが、そのときのLPDの測定対象を、90nm以上のものとした。また、ここでは、LPDの個数はSFの個数と良い相関があるため、LPDの個数でSF個数を代替した。

【 0 0 2 2 】

図10に示すように、LPDの個数は、固化率が約52%の部分から急激に増加し、約62%で最大となり、約70%を超えるとほぼ0となることがわかった。そして、固化率が約52%の部分の温度（LPD個数の急激な増加が開始する温度）は約470であり、固化率が約62%の部分の温度（LPD個数が最大となる温度）は約570であり、固化率が約70%の部分の温度（LPD個数がほぼ0となる温度）は約700であることが分かった。

このことから、SFは、単結晶の温度が約470～約700で長時間維持されたときに発生しやすく、特に、約570で長時間維持されたときに発生しやすいことが分かった。

【 0 0 2 3 】

次に、中心温度に対する許容幅を決定した。

具体的には、上記図10の実験結果に基づいて、各対応する固化率について、550、570、600を中心にしたそれぞれ ± 30 の範囲での滞在時間を調べた。その結果を図11に示す。また、550、570、600を中心にした ± 50 の範囲での滞在時間を図12に示し、 ± 70 の範囲での滞在時間を図13に示す。

図11～図13に示すように、 ± 70 の範囲での滞在時間の上昇幅（図中の横軸方向の長さ）と、LPD個数の上昇幅（図中の横軸方向の長さ）とがほぼ一致することが分かった。

このことから、LPDは、単結晶の温度が570 ± 70 の範囲内で長時間維持されたときに、発生しやすいことが分かった。

【 0 0 2 4 】

また、本発明者は、単結晶の温度が570 ± 70 の範囲内となる時間が、どのくらいの長さであれば、LPDが発生しないかを調べた。

まず、実験1と同様の条件でテール部形成工程まで行った後、通常の冷却工程では、図14の二点鎖線で示すように単結晶を急冷するところ、実線で示すように単結晶を急冷せ

10

20

30

40

50

ずに徐冷した。なお、図 14 において、縦軸は、 650 ± 50 での滞在時間を表している。

そして、図 14 に実線で示す条件で製造した単結晶を用いて、実験 1 と同様の条件でエピタキシャルシリコンウェーハを製造し、各固化率における L P D 個数を調べた。各固化率における滞在時間と L P D 個数との関係を図 15 に示す。なお、図 15 において、縦軸は、 570 ± 70 での滞在時間を表している。

図 15 に示すように、固化率が約 66% を超える場合に、L P D 個数が 0 となることが分かった。そして、このときの 570 ± 70 での滞在時間が、約 200 分であることが分かった。

このことから、単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を 200 分以下とすることで、L P D の発生を抑制できる可能性があると推定した。

【0025】

次に、図 15 の実験結果を検証するための実験を行った。

実験 1 と同様の条件でテール部形成工程まで行った後、図 14 の二点鎖線で示す冷却工程を行い、単結晶を製造した。そして、この単結晶を用いて、実験 1 と同様の条件でエピタキシャルシリコンウェーハを製造し、各固化率における L P D 個数を調べた。その結果を図 16 に示す。

図 16 に示すように、固化率が約 44% よりも後ろの場合に、単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間が 20 分以上 200 分以下となり、L P D 個数も少なくなることが分かった。

このことから、単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を 20 分以上 200 分以下とすることで、L P D の発生を単結晶の後半部分だけでなく、長さ方向全長にわたって抑制できることが分かった。ここで単結晶の長さ方向全長とは、種結晶に連続し直径が徐々に増加する肩部を形成する工程（肩部形成工程）と、肩部に連続して形成され直径が略均一の直胴部を形成する工程（直胴部形成工程）と、直胴部の下端に連続し直径が徐々に低下してゼロになるテール部を形成する工程（テール部形成工程）のうち、直胴部形成工程で形成される直径が略均一の直胴部の全長をいう。

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。

【0026】

すなわち、本発明の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シリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、種子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単結晶の製造方法であって、前記単結晶の抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記単結晶から得られる評価シリコンウェーハに対して 1200 の水素雰囲気中で 30 秒加熱する熱処理を施した後に、当該評価シリコンウェーハに発生するピットの数 $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下となるように、前記単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を任意に制御して前記単結晶を引き上げることを特徴とする。

【0027】

本発明によれば、シリコン融液に赤リンを添加して、抵抗率が低くなるような（ $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるような）単結晶を製造する場合であっても、単結晶が 570 ± 70 となる時間を任意に制御することで、この単結晶から得られるシリコンウェーハに対してブリベーク処理（ 1200 の水素雰囲気中で 30 秒加熱する熱処理）を施した後に、シリコンウェーハに発生する上記のようなピットの数 $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下にすることができる。

したがって、このような単結晶を用いてエピタキシャルシリコンウェーハを製造すると、K L A - T e n c o r 社製 S P - 1 の D C N モードで測定される 90 nm 以上の L P D の個数を $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下にすることができる。よって、抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを得ることができる。

なお、シリコン融液に赤リンとともに、ゲルマニウム（G e）を添加してもよい。この

ような構成にすれば、シリコンウェーハとエピタキシャル膜との界面部分での赤リンの濃度差に起因する転移欠陥（ミスフィット転移）の発生を抑制できる。

【0028】

本発明の単結晶の製造方法では、前記チャンバ内の前記坩堝の上方に、クーラーを配置し、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程において、前記単結晶を前記クーラーで冷却することで、前記単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を任意に制御することが好ましい。

本発明の単結晶の製造方法では、前記チャンバ内の前記坩堝の上方に、ヒーターを配置し、前記単結晶の直胴部を形成する直胴部形成工程において、前記単結晶を前記ヒーターで加熱することで前記単結晶の温度の下降を抑制し、前記単結晶のテール部を形成するテール部形成工程後に冷却工程を行うことで、前記単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を任意に制御することが好ましい。

【0029】

これらの発明によれば、クーラーまたはヒーターを用いることで、単結晶の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を所望の状態に制御することができる。

【0030】

本発明の単結晶の製造方法では、前記単結晶の少なくとも一部の温度が、 570 ± 70 の範囲内となる時間が20分以上200分以下となるように前記単結晶を引き上げることが好ましい。

本発明によれば、温度が上述の範囲内となる時間が20分以上200分以下となるように設定された部分から得られるシリコンウェーハに発生するピットの数、 0.1 個/ cm^2 以下にすることができる。

【0031】

本発明のシリコンウェーハの製造方法は、チャンバと、このチャンバ内に配置されシリコン融液に赤リンを添加したドーパント添加融液を収納可能な坩堝と、種子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て得られる単結晶を用いたシリコンウェーハの製造方法であって、前記単結晶の抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるように、前記シリコン融液に前記赤リンを添加し、前記単結晶を引き上げ、当該単結晶の引き上げ時の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間が20分以上200分以下となり、かつ、当該単結晶から得られる評価シリコンウェーハに対して1200の水素雰囲気中で30秒加熱する熱処理を施した後に、当該評価シリコンウェーハの表面における 90 nm 以上のLPDの個数が 0.1 個/ cm^2 以下となる部分から前記シリコンウェーハを切り出すことを特徴とする。

【0032】

本発明のエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法は、上述の単結晶の製造方法により製造された単結晶から、シリコンウェーハを切り出す第1工程と、前記第1工程で切り出された前記シリコンウェーハを水素雰囲気中で加熱する第2工程と、前記第2工程の後に、前記シリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成してエピタキシャルシリコンウェーハを製造する第3工程とを含むことを特徴とする。

この発明によれば、上述のように、抵抗率が低くかつ高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを提供することができる。また、エピタキシャルシリコンウェーハにポリシリコン膜を設けないため、工程の簡略化を図れる。

【0033】

本発明のシリコン単結晶は、赤リンを含有し、抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下のシリコン単結晶であって、前記シリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハに対して1200の水素雰囲気中で30秒加熱する熱処理を施した後に、当該シリコンウェーハの表面における 90 nm 以上のLPDの個数が 0.1 個/ cm^2 以下となる結晶領域からなる直胴部を有することを特徴とする。

本発明のエピタキシャルシリコンウェーハは、上述のシリコン単結晶の前記直胴部から

切り出されたシリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を有することを特徴とする。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 4 】

【図 1】本発明におけるエピタキシャルシリコンウェーハの製造条件を導くための実験の結果であり単結晶の固化率と S F 個数との関係を示すグラフ。

【図 2】前記製造条件を導くための実験 1 の結果であり固化率と S F 個数および各温度での滞在時間との関係を示すグラフ。

【図 3】前記実験 2 の結果でありプリベーク前のシリコンウェーハの L P D の発生状況を示す。

【図 4】前記実験 2 の結果であり S F が発生する固化率に対応するシリコンウェーハのプリベーク後の L P D の発生状況を示す。

【図 5】前記実験 2 の結果であり S F が発生しない固化率に対応するシリコンウェーハのプリベーク後の L P D の発生状況を示す。

【図 6】前記実験 2 の結果でありプリベーク後に増加した L P D の A F M 観察結果を示す図。

【図 7】前記製造条件を導くための実験 3 の結果でありエピタキシャル膜成長後の L P D の発生状況と図 4 での実験結果とを重ねて示す図。

【図 8】前記実験 3 の結果であり図 7 の一部を拡大した図。

【図 9】前記製造条件を導くための実験 4 の結果であり固化率と結晶中心温度との関係を示すグラフ。

【図 10】前記実験 4 の結果であり単結晶における固化率と結晶中心温度および L P D 個数との関係を示すグラフ。

【図 11】前記実験 4 の結果であり温度幅が ± 30 の場合における固化率と各温度での滞在時間および L P D 個数との関係を示すグラフ。

【図 12】前記実験 4 の結果であり温度幅が ± 50 の場合における固化率と各温度での滞在時間および L P D 個数との関係を示すグラフ。

【図 13】前記実験 4 の結果であり温度幅が ± 70 の場合における固化率と各温度での滞在時間および L P D 個数との関係を示すグラフ。

【図 14】前記実験 4 の結果であり固化率と単結晶の滞在時間との関係を示すグラフ。

【図 15】前記実験 4 の結果であり固化率と各温度での滞在時間および L P D 個数との関係を示すグラフ。

【図 16】前記実験 4 の結果を検証するために行った実験の結果であり固化率と各温度での滞在時間および L P D 個数との関係を示すグラフ。

【図 17】本発明の一実施形態に係る単結晶引き上げ装置の概略構成を示す模式図である。

【図 18】前記一実施形態におけるマルチ引き上げ法による単結晶の製造方法を示す模式図である。

【図 19】本発明の変形例における抜き取り引き上げ法による単結晶の製造方法を示す模式図である。

【図 20】本発明の他の変形例におけるクーラー（位置を変化させた水冷体）またはヒーター（アフターヒーター）を設けた単結晶引き上げ装置の概略構成を示す模式図である。

【図 21】前記他の変形例におけるクーラー（位置を変化させた水冷体）の設置効果を表すグラフであって、単結晶における固化率と 570 ± 70 での滞在時間との関係を示すグラフ。

【図 22 A】前記他の変形例におけるヒーター（アフターヒーター）の設置効果を表すグラフであって、単結晶における固化率と結晶中心温度との関係を示すグラフ。

【図 22 B】前記他の変形例におけるヒーター（アフターヒーター）の設置効果を表すグラフであって、単結晶における固化率と 570 ± 70 での滞在時間との関係を示すグラフ。

【図 23】本発明の実施例に係る 1 本目の単結晶の抵抗率分布を示すグラフである。

【図 2 4】前記実施例における 2 本目の単結晶の抵抗率分布を示すグラフである。

【図 2 5】前記実施例における単結晶を用いて製造されたエピタキシャルシリコンウェーハの LPD の発生状況を示す図。

【発明を実施するための形態】

【0035】

以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。

〔単結晶引き上げ装置の構成〕

まず、単結晶引き上げ装置の構成について説明する。

単結晶引き上げ装置 1 は、図 1 7 に示すように、単結晶引き上げ装置本体 3 と、図示しないドーピング装置と、図示しない制御部とを備える。

単結晶引き上げ装置本体 3 は、チャンバ 3 0 と、このチャンバ 3 0 内に配置された坩堝 3 1 と、この坩堝 3 1 に熱を放射して加熱する加熱部 3 2 と、引き上げ部としての引き上げケーブル 3 3 と、断熱筒 3 4 と、シールド 3 6 と備える。

【0036】

チャンバ 3 0 内には、制御部の制御により、上部に設けられた導入部 3 0 A を介して、上方から下方に向かって不活性ガス、例えば、アルゴンガスが所定のガス流量で導入される。また、チャンバ 3 0 内の圧力（炉内圧力）は、制御部により制御可能となっている。

【0037】

坩堝 3 1 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 4 とするものである。坩堝 3 1 は、有底の円筒形状の石英製の石英坩堝 3 1 1 と、この石英坩堝 3 1 1 の外側に配置され、石英坩堝 3 1 1 を収納する黒鉛製の黒鉛坩堝 3 1 2 とを備えている。坩堝 3 1 は、所定の速度で回転する支持軸 3 7 に支持されている。

加熱部 3 2 は、坩堝 3 1 の外側に配置されており、坩堝 3 1 を加熱して、坩堝 3 1 内のシリコンを融解する。

引き上げケーブル 3 3 は、例えば坩堝 3 1 上部に配置された図示しない引き上げ駆動部に、一端が接続されている。また、引き上げケーブル 3 3 は、他端に、種子結晶を保持するシードホルダ 3 8、または、図示しないドーピング装置が適宜取り付けられる。引き上げケーブル 3 3 は、引き上げ駆動部の駆動により回転可能に構成されている。この引き上げケーブル 3 3 は、制御部による引き上げ駆動部の制御により、所定の引き上げ速度で上昇する。

断熱筒 3 4 は、坩堝 3 1 および加熱部 3 2 の周囲を取り囲むように配置されている。

シールド 3 6 は、加熱部 3 2 から上方に向かって放射される輻射熱を遮断する熱遮蔽用シールドである。このシールド 3 6 は、シリコン融液 4 の表面を覆うように設置されている。このシールド 3 6 は、下端側の開口部が上端側の開口部より小さくなった円錐形状となっている。

【0038】

ドーピング装置は、固体状態の揮発性ドーパントとしての赤リンを揮発させて、坩堝 3 1 内のシリコン融液 4 にドーピングさせて、すなわち添加してドーパント添加融液 4 1 を生成するためのものである。なお、ドーピング装置としては、筒状部の下端部をシリコン融液 4 に浸漬させて、赤リンをシリコン融液 4 に添加する構成や、筒状部の下端部をシリコン融液 4 から離間させて、揮発した赤リンをシリコン融液 4 に吹き付けることで、赤リンをシリコン融液 4 に添加する構成を適用できる。

制御部は、作業者の設定入力に基づいて、チャンバ 3 0 内のガス流量、炉内圧力、引き上げケーブル 3 3 の引き上げ速度を適宜制御して、単結晶 6 製造時の制御をする。

【0039】

〔単結晶の製造方法〕

次に、単結晶引き上げ装置 1 を用いて、単結晶 6 を製造する方法の一例について説明する。

まず、同一の石英坩堝 3 1 1 を利用し、かつ、単結晶 6 を引き上げるごとにポリシリコン素材 4 1 1 をチャージして、複数本の単結晶 6 を引き上げるいわゆるマルチ引き上げ法

10

20

30

40

50

により、単結晶 6 を製造する方法について説明する。

ここで、図 18 に示すように、初期段階として 70 kg のポリシリコン素材を入れた石英坩堝 311 がセットされた単結晶引き上げ装置 1 は、制御部の制御により、ポリシリコン素材を加熱して融解させた後、チャンバ 30 内のガス流量および炉内圧力を所定の状態にして、シリコン融液 4 に揮発性ドーパントとしての赤リンを添加してドーパント添加融液 41 を生成する。

なお、エピタキシャルシリコンウェーハのミスフィット転移を抑制するために、赤リンとともにゲルマニウムを添加してもよい。また、赤リンの添加量は、単結晶 6 から切り出したシリコンウェーハの抵抗率が、 $0.7\text{ m}\cdot\text{cm}$ 以上 $0.9\text{ m}\cdot\text{cm}$ 以下となるような量である。

10

【0040】

この後、単結晶引き上げ装置 1 の制御部は、作業者の設定入力に基づいて、種子結晶を融液に浸漬した後、所定の引き上げ速度で引き上げて、単結晶 6 を製造する。

【0041】

この種子結晶の引き上げの際、制御部は、単結晶 6 におけるネック部形成工程、肩部形成工程、直胴部形成工程、テール部形成工程、冷却工程のうち、少なくとも直胴部形成工程における引き上げ時間を従来よりも短くして、寸法が従来のもより短い 31 kg の単結晶 6 を製造する。この条件は、単結晶 6 の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を 20 分以上 200 分以下とするための条件であり、単結晶 6 全体の熱履歴が図 16 における固化率が約 44% を超える（図 2 において二点鎖線で囲む領域）場合のようになる。

20

なお、引き上げ時間以外の条件、例えば加熱部 32 による加熱条件は、従来と同じであってもよい。

【0042】

すなわち、従来の寸法の単結晶を製造する場合には、テール部形成工程が終了して冷却工程に入るときに、単結晶の下端部（図 2 の固化率 60% より大きい部分）が 570 ± 70 よりも高い温度で加熱されており、この状態から急激に冷却されるため、 570 ± 70 となる時間が短くなる（200 分以下となる）と考えられる。一方で、単結晶の上端部（図 2 の固化率 60% より小さい部分）では、冷却工程に入るときに 570 ± 70 よりも低い温度まで下がっており、この状態から急激に冷却したとしても、 570 ± 70 となる時間が下端部と比べて長くなる（200 分を超える）と考えられる。その結果、上端部で SF が多く発生し、下端部で SF の発生が抑制されることが考えられる。

30

これに対して、本実施形態の図 18 で示す製造方法では、従来よりも短い単結晶 6 を製造することで、テール部形成工程が終了して冷却工程に入るときに、単結晶 6 全体を 570 ± 70 よりも高い温度にすることができ、この状態から急激に冷却することで、 570 ± 70 となる時間を従来の下端部と同様に短くすることができると考えられる。

その結果として、上述したように、単結晶 6 全体の熱履歴が図 14 の二点鎖線で囲む領域のようになり、単結晶 6 の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間が 20 分以上 200 分以下となると考えられる。したがって、LPD の発生を単結晶の長さ方向全長にわたって抑制できる。

【0043】

40

そして、1 本の単結晶 6 の製造が終了した後、単結晶引き上げ装置 1 は、図 18 に示すように、31 kg のドーパント添加融液 41 を生成するための素材 411（シリコン、赤リン（、ゲルマニウム））を石英坩堝 311 に投入して、次の 31 kg の単結晶 6 を製造する。

ここで、単結晶引き上げ装置 1 の制御部は、最後に製造する単結晶 6 以外の単結晶 6 の取り出しを待って冷却している間（冷却工程の間）、炉内圧力を 13.3 kPa （ 100 torr ）以上、 60 kPa （ 450 torr ）以下に調整することが好ましい。炉内圧力が 13.3 kPa 未満の場合、揮発性ドーパントである赤リンが蒸発し、次に製造する単結晶 6 の抵抗率が上昇してしまう。一方、炉内圧力が 60 kPa を超える場合、蒸発物がチャンバ 30 内に付着しやすくなり、単結晶 6 の単結晶化を阻害してしまう。

50

このように製造された単結晶 6 から得られるシリコンウェーハの抵抗率は、 $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となる。また、シリコンウェーハの酸素濃度は、 $7 \times 10^{17} \sim 1.0 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ (IGFA (Inert Gas Fusion Analysis: 不活性ガス融解法)) であり、赤リンの濃度は、 $8.0 \times 10^{19} \sim 1.1 \times 10^{20} \text{ atoms/cm}^3$ であり、ゲルマニウムの濃度は、 $3.0 \times 10^{19} \sim 3.0 \times 10^{20} \text{ atoms/cm}^3$ となる。

また、このシリコンウェーハを 1200 の水素雰囲気中で 30 秒以上加熱すると、当該シリコンウェーハの表面においてKLA-Tencor社製SP-1のDCNモードで測定される 90 nm 以上のLPDの個数は、 0.1 個/ cm^2 以下となる。すなわち、シリコンウェーハの表面に発生するピットの個数は 0.1 個/ cm^2 以下となる。

10

【0044】

〔エピタキシャルシリコンウェーハの製造方法〕

次に、上述の製造方法で製造された単結晶 6 から、図示しないエピタキシャルシリコンウェーハを製造する方法について説明する。

まず、単結晶 6 からシリコン結晶板を切り出した (第 1 工程) 後、そのシリコンウェーハの表層から酸素をアニールアウトするために、シリコンウェーハのプリベーク処理を行う (第 2 工程)。

ここで、望ましくは、プリベーク処理は、 $1150 \sim 1200$ の水素雰囲気中で行われ、プリベーク時間は 30 秒以上 (例えば最短の 30 秒) である。

プリベーク処理の後に、CVD法によりシリコンウェーハ上にエピタキシャル膜を形成する (第 3 工程)。ここで、エピタキシャル成長のプロセス温度は、 $1000 \sim 1150$ の範囲内であり、望ましくは、 $1050 \sim 1080$ の範囲内である。

20

以上の製造プロセスにより、シリコンウェーハの抵抗率が $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下と非常に低く、かつ、エピタキシャル膜のミスフィット転位が極めて少なく、かつ、SF (スタッキングフォルト) に起因するLPDの個数も 0.1 個/ cm^2 以下という、パワーMOSトランジスタ用として十分に実用的であるシリコンエピタキシャルウェーハが製造される。

【0045】

このようにシリコンウェーハの抵抗率が非常に低く、かつ、SF (スタッキングフォルト) に起因するLPDも非常に少ない高品質のシリコンエピタキシャルウェーハは、従来の製造方法では製造不可能であり、上述した本発明に従う製造方法によってのみ製造可能な、新規なものである。

30

【0046】

〔他の実施形態〕

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る。

【0047】

例えば、図 18 に示すようなマルチ引き上げ法ではなく、図 19 に示すように、単結晶引き上げ装置 1 を用いて、同一の石英坩堝 311 を利用し、かつ、複数本分のドーパント添加融液 41 を一度にチャージして、複数本の単結晶 6 を 1 本ずつ引き上げるいわゆる抜き取り引き上げ法により、単結晶 6 を製造してもよい。

40

ここで、単結晶引き上げ装置 1 の制御部は、2 本の単結晶 6 を製造する場合、1 本目の単結晶を引き上げた後、取り出しを待って冷却している間 (冷却工程の間)、炉内圧力を 13.3 kPa 以上、 60 kPa 以下に調整することが好ましい。このように炉内圧力を調整することが好ましい理由は、前記実施形態のマルチ引き上げ法の理由と同じである。

なお、マルチ引き上げ法を行う場合でも、最後の単結晶を引上げる際に原料を追加せず、上記抜き取り引き上げ法が適用できる。

例えば、初期段階として、 157 kg のドーパント添加融液 41 をチャージして、 31 kg の単結晶 6 を 5 回連続で引き上げる方法を適用してもよい。このような方法によっても、単結晶 6 の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を 20 分以上 200 分以下と

50

することができる。

【0048】

また、長い単結晶を引上げる場合、あるいは短い結晶であっても 570 ± 70 の範囲の滞在時間が200分を超えるような場合、結晶を引上げる際、上方にクーラーを設置し、結晶の特定部分の冷却を促進することで 570 ± 70 の範囲の滞在時間を20分以上200分以下とすることもできる。

【0049】

ここで、上述したクーラーを設置する構成としては、図20に示すような構成が例示できる。

単結晶引き上げ装置1におけるチャンバ30内の坩堝31の上方には、クーラーとしての水冷体50が配置されている。水冷体50の配置位置としては、引き上げ中の単結晶6のうち低温部を冷却するために、図20に実線で示すように、ドーパント添加融液41の表面から水冷体50の下端までの距離D1が、単結晶6の直径Rの1.5倍以上3.0倍以下となる位置が好ましい。

10

【0050】

次に、上述の位置に配置した水冷体50の作用を説明する。

単結晶引き上げ装置1に水冷体50を配置しない状態において、単結晶6を製造した。そして、各固化率における 570 ± 70 での滞在時間を調べた。その結果を、図21に一点鎖線で示す。

図21に示すように、単結晶6の半分以上の領域において、 570 ± 70 での滞在時間が200分以上になっていることが確認できた。

20

【0051】

また、図20に二点鎖線で示すように、水冷体50と同様の水冷体52を、ドーパント添加融液41の表面から当該水冷体52の下端までの距離D2が、単結晶6の直径Rの1倍となる位置に配置した。そして、単結晶6の直胴部を形成する直胴部形成工程において、水冷体52で単結晶6を冷却すること以外は、上記水冷体50を配置しない場合と同様の条件で単結晶6を製造し、各固化率における 570 ± 70 での滞在時間を調べた。その結果を、図21に二点鎖線で示す。

図21に示すように、単結晶6の殆どの領域において、 570 ± 70 での滞在時間が200分以上になっていることが確認できた。

30

【0052】

さらに、図20に実線で示すように水冷体50を配置したこと以外は、上記水冷体52を配置した場合と同様の条件で、すなわち、直胴部形成工程において、水冷体50で単結晶6を冷却しながら当該単結晶6を製造し、各固化率における 570 ± 70 での滞在時間を調べた。その結果を、図21に実線で示す。

図21に示すように、単結晶6の全領域において、 570 ± 70 での滞在時間が200分以下であることが確認できた。

【0053】

したがって、距離D1が単結晶6の直径Rの1.5倍以上3.0倍以下となる位置に、水冷体50を配置して、当該水冷体50で単結晶6を冷却することで、 570 ± 70 の範囲内となる時間が200分を超える部分を短くする、すなわち、 570 ± 70 の範囲内となる時間が20分以上200分以下となる部分を長くすることができ、シリコンウェーハに発生するピットの数 $0.1 \text{ 個} / \text{cm}^2$ 以下となる部分を増やすことができる。このように、クーラーを配置することにより、単結晶6の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間を制御することができる。

40

なお、クーラーのひとつの形態として、円筒状の水冷体50を例に挙げて、その効果を説明したが、クーラーの形態としては、図20に二点鎖線で示すように、チャンバ30から下方へ延伸するドロチューブ53でも構わない。

【0054】

また、図20に実線で示すように、水冷体50の代わりに、ヒーターとしてのアフター

50

ヒーター 51 を設けてもよい。アフターヒーター 51 は、例えば水冷体 50 と同様の円筒状に形成されてもよい。アフターヒーター 51 の配置位置は、ドーパント添加融液 41 の表面からアフターヒーター 51 の下端までの距離 D1 が、単結晶 6 の直径 R の 1.5 倍以上 3.0 倍以下となる位置が好ましい。距離 D1 が単結晶 6 の直径 R の 1.5 倍未満となる位置に、アフターヒーター 51 を配置すると、アフターヒーター 51 がドーパント添加融液 41 の表面に近くなるため、固液界面付近の温度勾配が緩やかになり、組成的過冷却などによる有転位化が発生するおそれがあるからである。

【0055】

次に、上述の位置に配置したアフターヒーター 51 の作用を説明する。

単結晶引き上げ装置 1 にアフターヒーター 51 を配置しない状態において、例えば上記実験 1 と同様の条件で単結晶 6 を製造した。そして、テール部がドーパント添加融液 41 から切れた時点での、各固化率における単結晶中心の温度分布を調べた。その結果を、図 22A に一点鎖線で示す。さらに、各固化率における 570 ± 70 での滞在時間を調べた。その結果を、図 22B に一点鎖線で示す。

また、図 20 に実線で示す位置にアフターヒーター 51 を配置したこと以外は、上記実験 1 と同様の条件で、すなわち、直胴部形成工程において、単結晶 6 をアフターヒーター 51 で加熱することで単結晶 6 の温度の下降を抑制しながら当該単結晶 6 を製造し、各固化率における単結晶中心の温度分布および 570 ± 70 での滞在時間を調べた。それぞれの結果を、図 22A および図 22B に実線で示す。

【0056】

図 22A に示すように、アフターヒーター 51 が有る場合、テール部形成工程後に温度が $640 (570 + 70)$ 以上となる部分が、アフターヒーター 51 が無い場合よりも、長くなることが確認できた。したがって、アフターヒーター 51 をオンにした直胴部形成工程を行い、テール部形成工程後に、アフターヒーター 51 をオフにした冷却工程を行い、温度が 640 以上の部分を急冷することで、 570 ± 70 の範囲内となる時間が 20 分以上 200 分以下となる部分、すなわち、シリコンウェーハに発生するピットの数が $0.1 \text{ 個}/\text{cm}^2$ 以下となる部分を増やすことができる。実際、図 22B に示すように、アフターヒーター 51 を用いることにより、 570 ± 70 の範囲内となる時間が 20 分以上 200 分以下となる部分が大幅に増加していることが確認できた。

【実施例】

【0057】

次に、本発明を実施例および比較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んら限定されるものではない。

【0058】

図 19 に示す単結晶引き上げ装置 1 を用いて、2 本分のドーパント添加融液 41 を一度にチャージして、直径が 200 mm の 2 本の単結晶 6 を 1 本ずつ引き上げる抜き取り引き上げ法により、単結晶 6 を製造した。

具体的に、 82 kg のポリシリコン素材を石英坩堝 311 にセットし、ポリシリコン素材を加熱して融解させた後、チャンバ 30 内のガス流量および炉内圧力を所定の状態にして、シリコン融液 4 に揮発性ドーパントとしての赤リンを添加してドーパント添加融液 41 を生成した。赤リンの添加量は、単結晶 6 から切り出したシリコンウェーハの抵抗率が、 $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となるような量である。

そして、 40 kg の単結晶 6 を 2 回連続で引き上げた。この引き上げの際、ネック部形成工程、肩部形成工程、直胴部形成工程、テール部形成工程、冷却工程のうち、少なくとも直胴部形成工程における引き上げ時間を従来よりも短くして、寸法が従来のものより短い 40 kg の単結晶 6 を製造した。また、2 本の単結晶 6 を製造する際、1 本目の単結晶を引き上げた後、取り出しを待って冷却している間（冷却工程の間）、炉内圧力を 13.3 kPa 以上、 60 kPa 以下に調整した。

製造した 2 本の単結晶 6 について、所定の固化率の部位から切り出したシリコンウェーハの抵抗率を測定した。

1 本目の単結晶 6 の抵抗率分布を図 2 3 に示し、2 本目の単結晶 6 の抵抗率分布を図 2 4 に示す。

【0059】

図 2 3 および図 2 4 に示すように、1 本目の単結晶 6 および 2 本目の単結晶 6 の両方の抵抗率が、 $0.7 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以上 $0.9 \text{ m} \cdot \text{cm}$ 以下となることが確認できた。このように製造した 2 本の単結晶 6 の温度が 570 ± 70 の範囲内となる時間は、20 分以上 200 分以下となったと考えられる。そして、この単結晶 6 から切り出したシリコンウェーハを用い、上記実施形態と同様のプロセスによりシリコンエピタキシャルウェーハを製造したところ、図 2 5 に示すように、SF に起因する LPD 111 の個数が 0.1 個/cm^2 以下のシリコンエピタキシャルウェーハ 110 を得られることを確認できた。

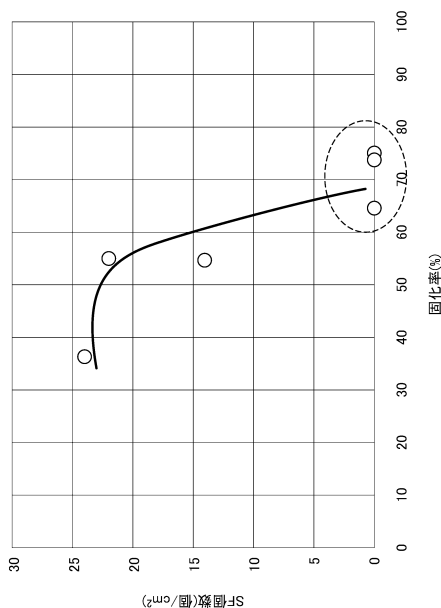
10

【符号の説明】

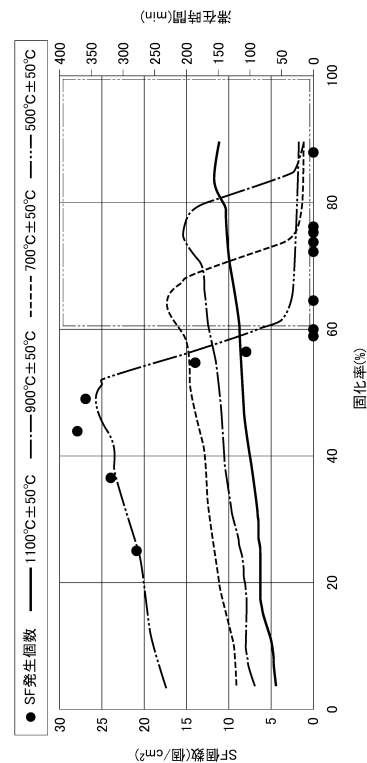
【0060】

- 1 ... 単結晶引き上げ装置
- 30 ... チャンバ
- 33 ... 引き上げ部としての引き上げケーブル
- 50 ... クーラーとしての水冷体
- 51 ... ヒーターとしてのアフターヒーター
- 53 ... クーラーとしてのドロチューブ
- 311 ... 石英坩堝

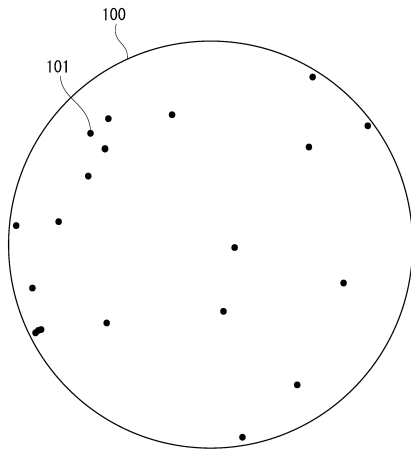
【図 1】



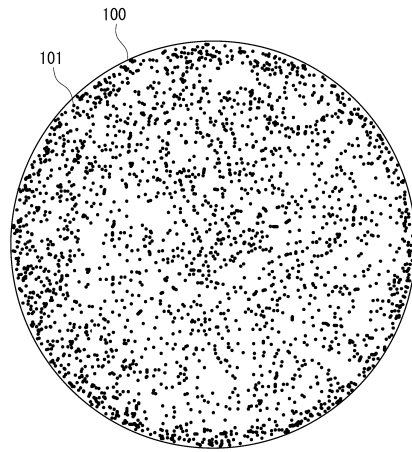
【図 2】



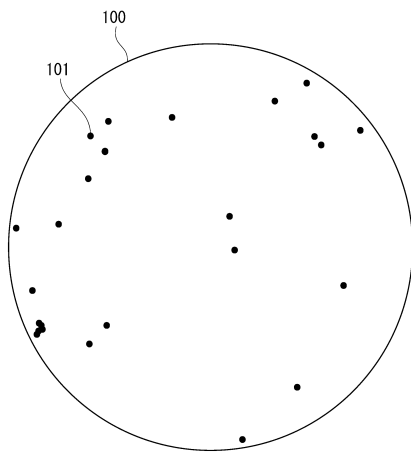
【図 3】



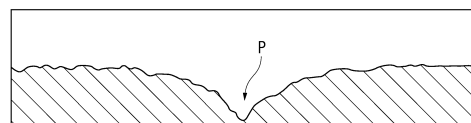
【図 4】



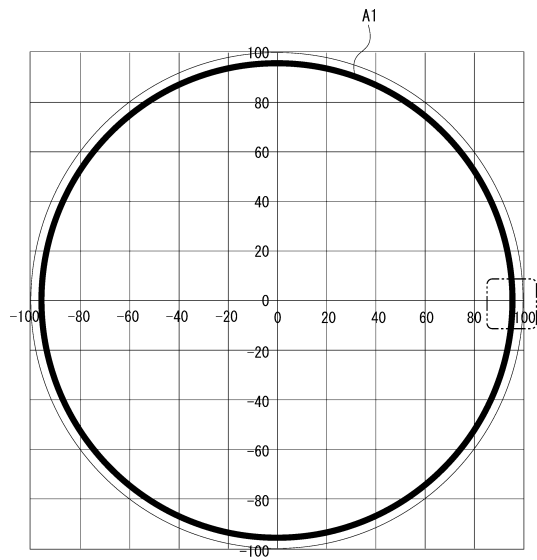
【図 5】



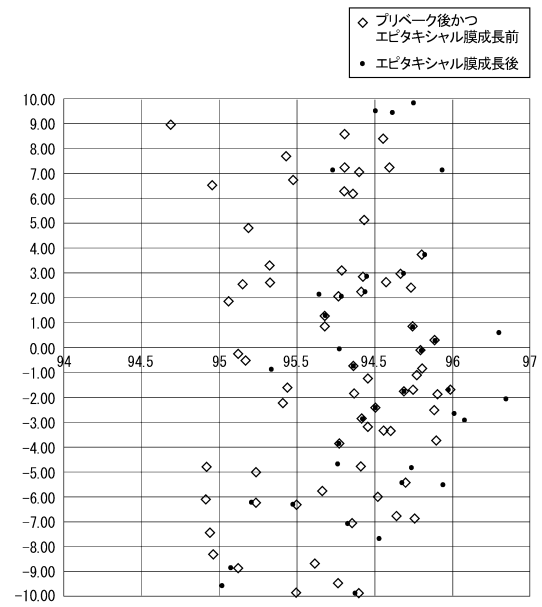
【図 6】



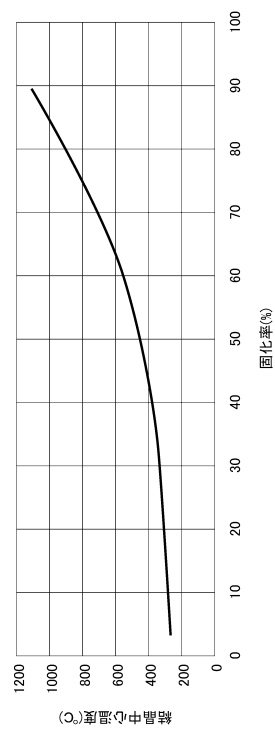
【図 7】



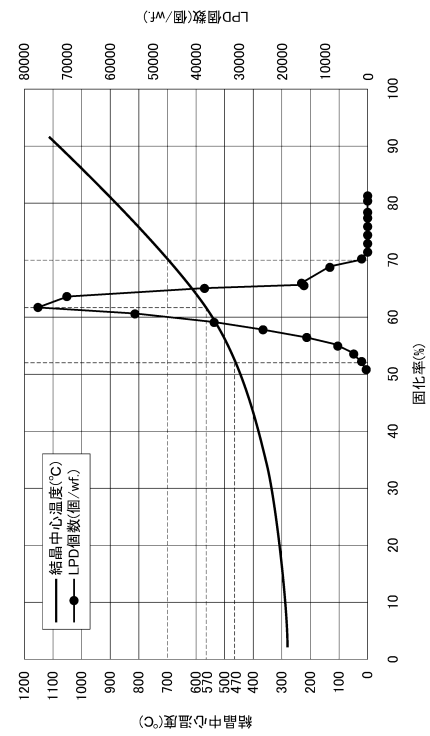
【図 8】



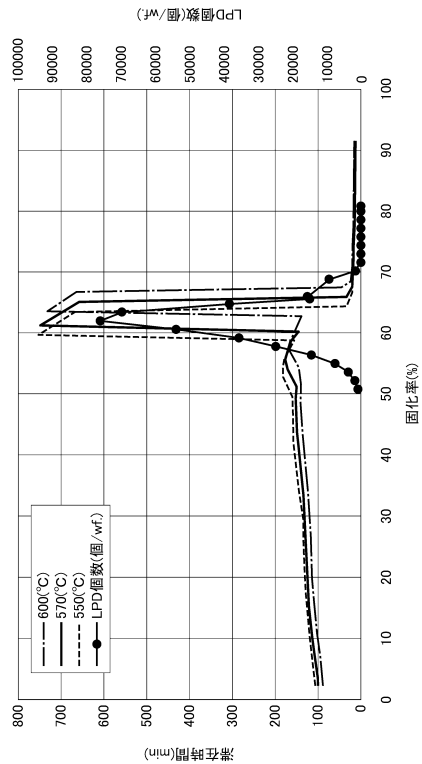
【図 9】



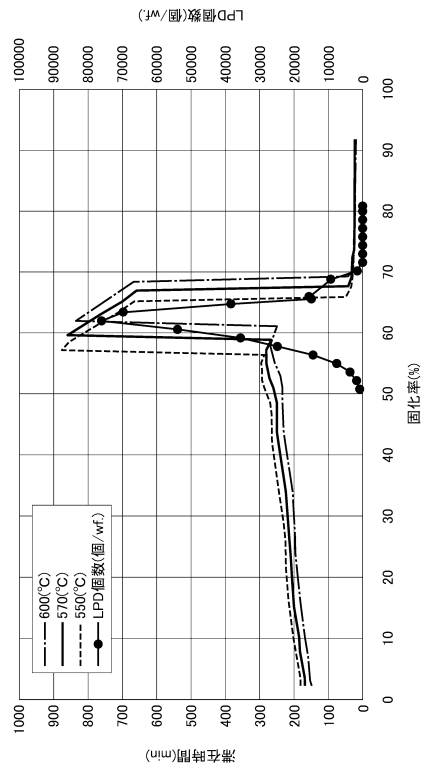
【図 10】



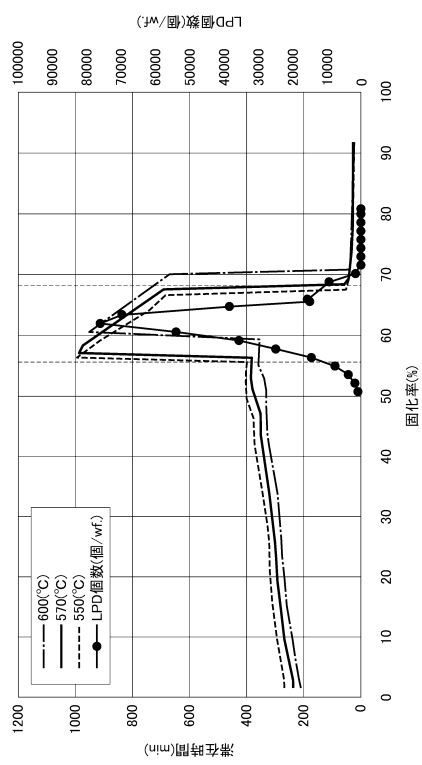
【図 1 1】



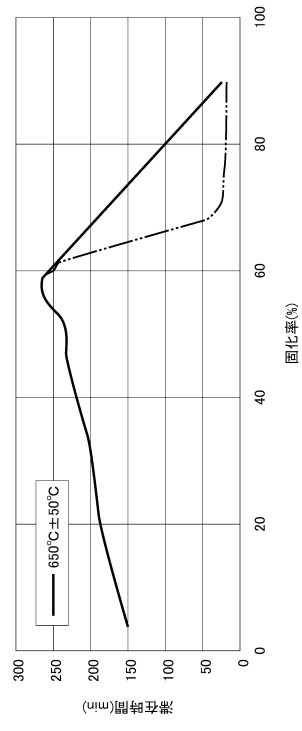
【図 1 2】



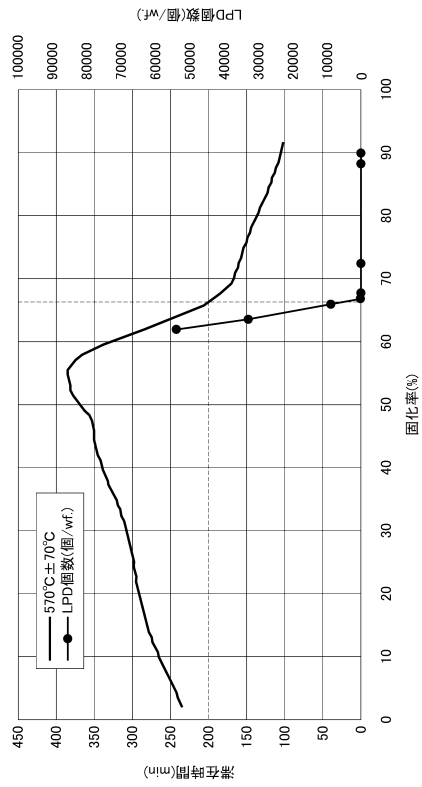
【図 1 3】



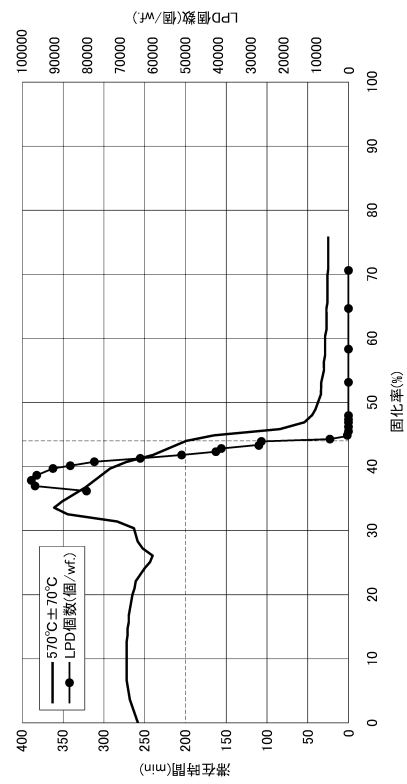
【図 1 4】



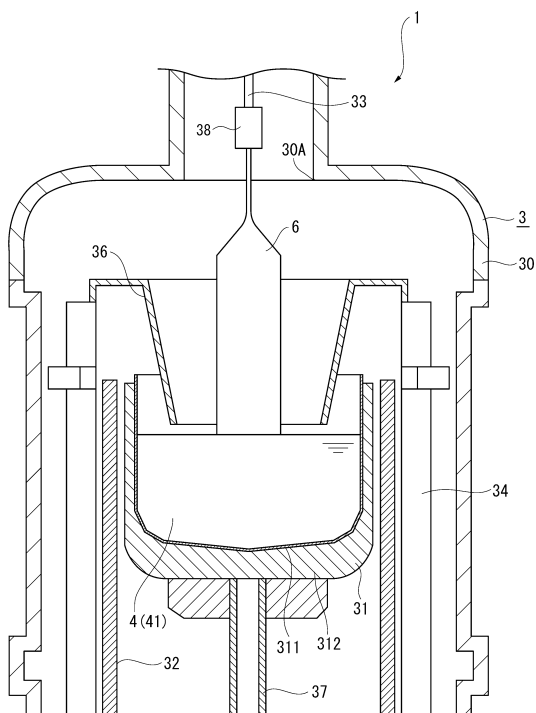
【図 15】



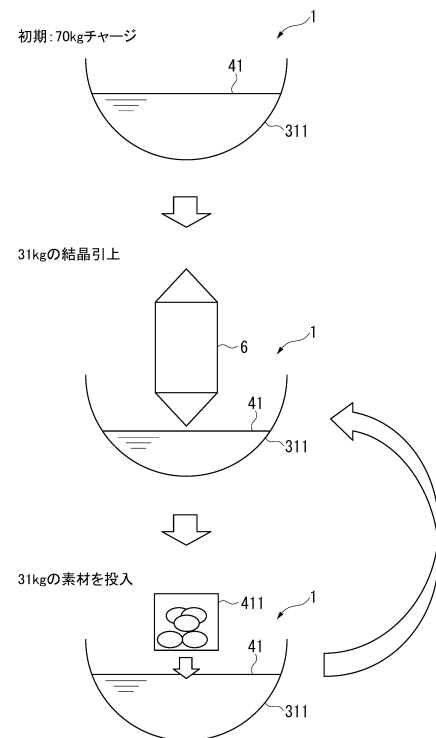
【図 16】



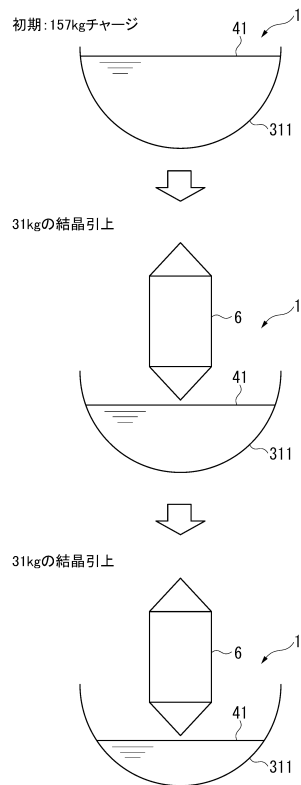
【図 17】



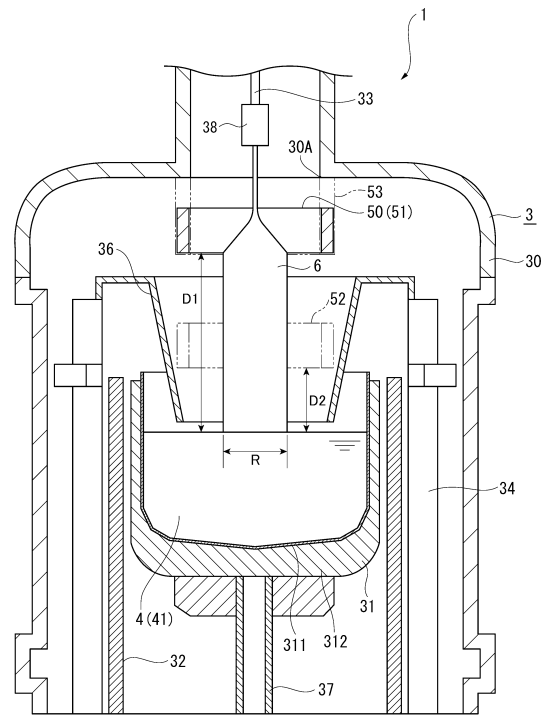
【図 18】



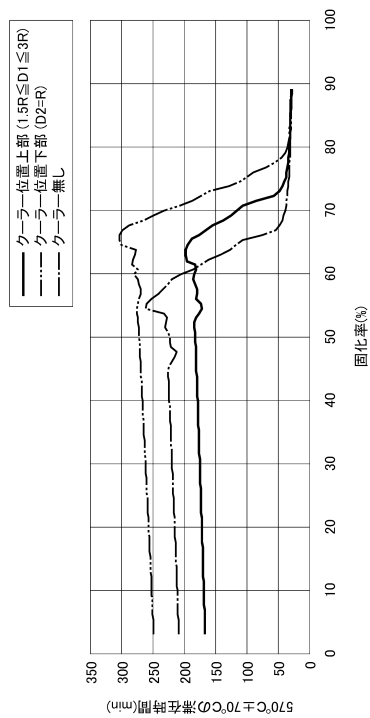
【図 19】



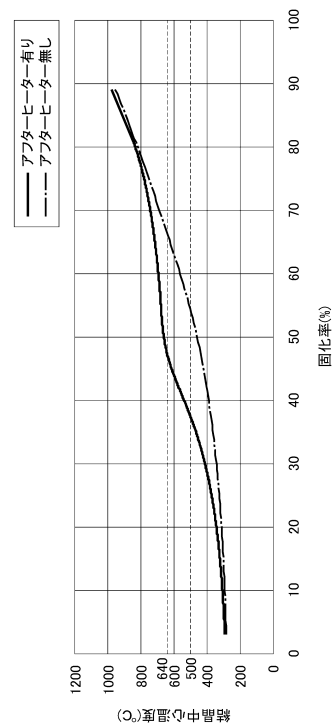
【図 20】



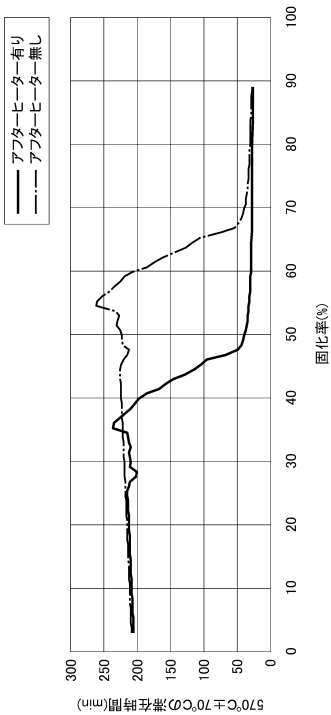
【図 21】



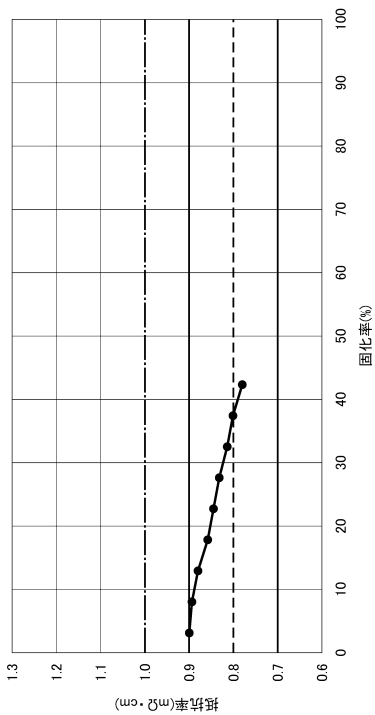
【図 22 A】



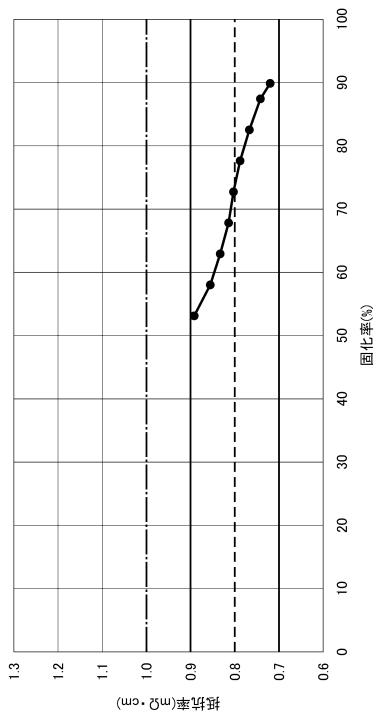
【図 2 2 B】



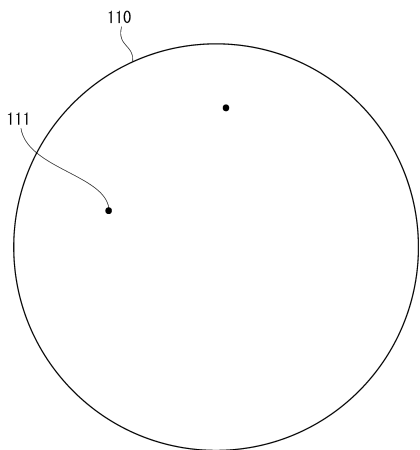
【図 2 3】



【図 2 4】



【図 2 5】



フロントページの続き

(72)発明者 宇都 雅之
東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社SUMCO内

審査官 今井 淳一

(56)参考文献 国際公開第2008/146724(WO, A1)
特開2006-052133(JP, A)
国際公開第2010/021272(WO, A1)
特開2010-153631(JP, A)
特開2011-009613(JP, A)
特開2010-030853(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 29/06
C30B 15/20
C30B 33/02