

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5228671号  
(P5228671)

(45) 発行日 平成25年7月3日(2013.7.3)

(24) 登録日 平成25年3月29日(2013.3.29)

(51) Int.Cl.	F I
<b>C 3 O B 29/06 (2006.01)</b>	C 3 O B 29/06 5 O 2 H
<b>C 3 O B 15/20 (2006.01)</b>	C 3 O B 29/06 5 O 2 G
	C 3 O B 29/06 A
	C 3 O B 15/20

請求項の数 6 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2008-190887 (P2008-190887)	(73) 特許権者	302006854 株式会社 S U M C O
(22) 出願日	平成20年7月24日 (2008.7.24)		東京都港区芝浦一丁目2番1号
(65) 公開番号	特開2010-24120 (P2010-24120A)	(74) 代理人	110001553 特許業務法人 森道雄特許事務所
(43) 公開日	平成22年2月4日 (2010.2.4)	(74) 代理人	100103481 弁理士 森 道雄
審査請求日	平成23年7月22日 (2011.7.22)	(72) 発明者	江頭 和幸 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内
		(72) 発明者	田口 裕章 東京都港区芝浦一丁目2番1号 株式会社 S U M C O 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の育成方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ルツボを挟んで一对の電磁コイルを対向配置し、前記電磁コイルによりルツボ内の原料融液に横磁場を印加しつつ、前記原料融液からシリコン単結晶を育成する方法であって、

前記横磁場の磁場中心線の位置を前記原料融液の液面位置よりも高い第1の位置に設定した状態でシリコン単結晶の直胴部の育成を開始し、その後前記磁場中心線の位置を前記原料融液の液面位置と同じ、またはその液面位置よりも低い第2の位置に変更して前記直胴部の育成を行い、前記直胴部の酸素濃度が  $7 \sim 1.4 \times 10^{17} \text{ atoms / cm}^3$  (ASTM F121-1979) であるシリコン単結晶を育成し、

前記第1の位置が、前記原料融液の液面位置から上方に70mmまでの範囲内であり、  
前記第2の位置が、前記原料融液の液面位置から下方に70mmまでの範囲内であり、  
前記第1の位置から前記第2の位置への前記磁場中心線の位置変更は、シリコン単結晶の育成を開始する前の前記ルツボ内の原料融液量に対してシリコン単結晶の重量の比率が25%以上45%以下に達したときに行うことを特徴とするシリコン単結晶の育成方法。

10

【請求項 2】

前記直胴部の引き上げ方向における酸素濃度の最大値と最小値の差が  $1 \times 10^{17} \text{ atoms / cm}^3$  以内であ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】

前記第1の位置は、前記原料融液の液面位置から上方に50mmまでの範囲内であることを特徴とする請求項1または2に記載のシリコン単結晶の育成方法。

20

## 【請求項 4】

前記第 2 の位置は、前記原料融液の液面位置から下方に 50 mm までの範囲内であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載のシリコン単結晶の育成方法。

## 【請求項 5】

前記第 2 の位置で印加する横磁場の強度よりも、前記第 1 の位置で印加する横磁場の強度を高く設定することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のシリコン単結晶の育成方法。

## 【請求項 6】

前記直胴部の直径が 300 mm 以上であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のシリコン単結晶の育成方法。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、チョクラルスキー法（以下、「CZ法」という）によるシリコン単結晶の育成方法に関し、特に、ルツボ内の原料融液に水平方向の横磁場を印加しつつ、その原料融液からシリコン単結晶を育成する横磁場印加 CZ 法（以下、「HM CZ 法」という）によるシリコン単結晶の育成方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

通常、CZ 法によるシリコン単結晶の育成では、減圧下の不活性ガス雰囲気中に維持された引き上げ炉内において、石英ルツボ内に充填された多結晶シリコンなどのシリコン原料を、ルツボを囲繞するヒータにより加熱し溶融させる。石英ルツボ内に原料融液が形成されると、石英ルツボの上方で引き上げ軸に保持された種結晶を下降させ原料融液に浸漬する。この状態から種結晶および石英ルツボを所定の方向に回転させながら種結晶を徐々に上昇させ、これにより、種結晶の下方にシリコン単結晶が育成され引き上げられる。

20

## 【0003】

その際、種結晶の上昇に伴って、種結晶から直径を細く絞られたネック部が育成され、ネック部から所望の直径まで逐次直径を増加させた円錐状のショルダー部が育成される。次いで、シリコンウェーハ用に製品として取り扱われる所望の直径の直胴部が育成され、育成の最終段階で転位の導入を防止するために直胴部から逐次直径を減少させた逆円錐状のテイル部が育成される。

30

## 【0004】

近年、半導体デバイスのコスト低減および生産性向上の観点からシリコンウェーハの大口径化が図られ、これに対応して、大口径のシリコン単結晶を安定した品質で製造できる技術の確立が急務となっている。

## 【0005】

ところが、直胴部の直径が 300 mm 以上になる大口径のシリコン単結晶の育成では、育成初期に対応する直胴部の引き上げ方向の上部で酸素濃度が顕著に高くなり、これが問題視されている。この問題は、シリコン単結晶の大口径化に伴って石英ルツボが拡大されるため、単結晶の育成初期に、石英ルツボの内表面と原料融液との接触面積が増加して、ルツボ内表面から原料融液に溶出する酸素の量が増大し、この過剰な酸素がシリコン単結晶中に取り込まれることに起因して発生する。

40

## 【0006】

従来から、シリコン単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボの回転速度や引き上げ炉内の圧力を調整することにより行っている。確かに、直胴部の直径が 200 mm 以下である小口径のシリコン単結晶の育成では、ルツボ内表面と原料融液との接触面積が小さく、原料融液に溶出する酸素量が多くないことから、ルツボ回転速度や炉内圧力を調整することで、直胴部の上部の高酸素化を抑制することが可能である。

## 【0007】

上述の通り、大口径のシリコン単結晶の育成では、ルツボ内表面と原料融液との接触面

50

積が大きく、原料融液に溶出する酸素量も多いことから、直胴部の上部の高酸素化を抑制するには、ルツボ回転速度や炉内圧力を大幅に調整しなければならない。この場合、熱環境が大幅に変動するため、シリコン単結晶に有転位化や直径変動が発生するなどし、安定した品質の単結晶を育成することが困難である。特に、原料融液の精密な温度制御のもとで低速引き上げを行い、COP (Cristal Originated Particle) などの空孔欠陥の発生を抑えた低COP単結晶の育成は、著しく困難になる。

【0008】

一方、HM CZ法によるシリコン単結晶の育成方法は、例えば特許文献1に記載されるように、ルツボを挟んで一对の電磁コイルを対向配置し、その電磁コイルによりルツボ内の原料融液に横磁場を印加しながら単結晶の育成を行う方法であり、横磁場の印加により原料融液の対流を抑制し、変動の少ない熱環境下で単結晶の育成が可能であることから、安定した品質のシリコン単結晶を製造するのに有効な方法とされている。通常、この方法では、結晶成長界面における原料融液の温度変動を抑えるため、横磁場の磁場中心線的位置を原料融液の液面位置と同じ位置に設定し、またはそれよりも下方の原料融液内の位置に設定し、この状態で単結晶の育成を行っている。

10

【0009】

しかし、このようなHM CZ法を採用しても、上述した直胴部の上部で高酸素化が発生するという問題は解消できない状況であった。

【0010】

【特許文献1】再公表WO02/010485号公報

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明は、上記の問題に鑑みてなされたものであり、HM CZ法によりシリコン単結晶を育成する際に、横磁場の磁場中心線的位置を適正に調整することにより、直胴部の上部の高酸素化を抑制し、安定した品質のシリコン単結晶を育成することができるシリコン単結晶の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】

【0012】

本発明者は、上記目的を達成するため、HM CZ法によりシリコン単結晶を育成することを前提にして鋭意検討を重ね、横磁場の磁場中心線的位置がシリコン単結晶中の酸素濃度に与える影響を詳細に調査した。

30

【0013】

図1は、磁場中心線的位置を原料融液の液面位置と同じ位置に設定して育成を行った単結晶と、液面位置から50mm高い位置に磁場中心線的位置を設定して育成を行った単結晶における引き上げ方向での酸素濃度の分布を示す図である。同図では、液面位置と同じ位置に磁場中心線的位置を設定した場合の結果を丸印で示し、液面位置から50mm高い位置に磁場中心線的位置を設定した場合の結果を三角印で示している。同図に示す結果から、いずれの場合も、単結晶の育成初期に対応する直胴部の上部で酸素濃度が顕著に高くなっているが、液面位置から50mm高い位置に磁場中心線的位置を設定した場合は、液面位置と同じ位置に磁場中心線的位置を設定した場合に比べて、酸素濃度が引き上げ方向全域に亘り低下していることが判明した。

40

【0014】

この事実から、直胴部を育成する際に、横磁場の磁場中心線的位置を、初期には原料融液の液面位置から上方に外れた位置に設定し、育成の途中から原料融液の液面位置と同じ位置、またはそれよりも下方の原料融液内の位置に変更すれば、直胴部の上部の高酸素化を抑制できることを知見した。

【0015】

本発明は、上記の知見に基づいて完成させたものであり、下記(1)のシリコン単結晶の育成方法を要旨とする。

50

## 【0016】

(1) ルツボを挟んで一对の電磁コイルを対向配置し、前記電磁コイルによりルツボ内の原料融液に横磁場を印加しつつ、前記原料融液からシリコン単結晶を育成するシリコン単結晶の育成方法において、前記横磁場の磁場中心線の位置を前記原料融液の液面位置よりも高い第1の位置に設定した状態でシリコン単結晶の直胴部の育成を開始し、その後前記磁場中心線の位置を前記原料融液の液面位置と同じ、またはその液面位置よりも低い第2の位置に変更して前記直胴部の育成を行い、前記直胴部の酸素濃度が  $7 \sim 14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  (ASTM F121-1979) であるシリコン単結晶を育成し、前記第1の位置が、前記原料融液の液面位置から上方に70mmまでの範囲内であり、前記第2の位置が、前記原料融液の液面位置から下方に70mmまでの範囲内であり、前記第1の位置から前記第2の位置への前記磁場中心線の位置変更は、シリコン単結晶の育成を開始する前の前記ルツボ内の原料融液量に対してシリコン単結晶の重量の比率が25%以上45%以下に達したときに行うことを特徴とするシリコン単結晶の育成方法である。

10

## 【0018】

この育成方法は、前記直胴部の引き上げ方向における酸素濃度の最大値と最小値の差が  $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  以内であるシリコン単結晶を育成することができる。

## 【0019】

また、この育成方法において、前記第1の位置は、前記原料融液の液面位置から上方に50mmまでの範囲内であることが好ましく、前記第2の位置は、前記原料融液の液面位置から下方に50mmまでの範囲内であることが好ましい。

20

## 【0020】

さらに、この育成方法では、前記第2の位置で印加する横磁場の強度よりも、前記第1の位置で印加する横磁場の強度を高く設定することが好ましい。

## 【0021】

この育成方法は、特に前記直胴部の直径が300mm以上である大口径のシリコン単結晶の育成に適用することが好ましい。

## 【0022】

シリコン単結晶は、直径が300mm以上で、酸素濃度が  $7 \sim 14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  (ASTM F121-1979) であってもよく、この場合、且つ引き上げ方向における酸素濃度の最大値と最小値の差が  $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  以内である直胴部を有してもよい。

30

## 【0023】

なお、本発明で規定する酸素濃度は全て、単結晶直径の中心部における酸素濃度である。また、単結晶の直胴部形成開始から直胴部長さが概ね100mm~200mmに至るまでの直胴部領域、および単結晶の直胴部形成終了から手前100mm~200mmまでの直胴部領域は、ショルダール部形成から直胴部形成、あるいは直胴部形成からテイル部形成へのプロセス条件の急変操作によって単結晶育成条件が安定しない領域であって、製品として寄与しない直胴部領域である。このため、本発明で規定する直胴部とは、製品として寄与しないこれらの直胴部領域を除く直胴部を意味するものである。

40

## 【発明の効果】

## 【0024】

本発明のシリコン単結晶の育成方法によれば、直胴部を育成する際の初期に、横磁場の磁場中心線の位置を原料融液の液面の位置よりも高い第1の位置に設定しているため、育成初期に対応する直胴部の上部で酸素濃度を低下させることができ、さらに、横磁場の印加による原料融液の対流の抑制効果から、変動の少ない熱環境下で直胴部の育成が可能で、有転位化や直径変動などが発生しない。

## 【0025】

また、直胴部の育成中に、磁場中心線の位置を、原料融液の液面の位置と同じ、またはそれよりも低い第2の位置に変更して育成を行っているため、原料融液の対流の抑制効果

50

が有効に発揮され、有転位化や直径変動などが発生しない直胴部の育成が可能となり、さらに、酸素濃度の過剰な低下が抑えられる。従って、直胴部の上部の高酸素化を抑制し、酸素濃度が引き上げ方向に均一で安定した品質の直胴部を育成することができる。この育成方法により、大口径で品質の安定したシリコン単結晶を製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下に、本発明のシリコン単結晶の育成方法、およびその育成方法によって得られる大口径のシリコン単結晶について、その実施形態を詳述する。

【0027】

図2は、本発明の一実施形態であるHMCZ法によるシリコン単結晶の育成に適した単結晶育成装置の構成を模式的に示す図である。同図に示すように、単結晶育成装置は、一般には引上げ炉とも呼ばれ、その外郭をチャンバ1で構成され、チャンバ1内の中心部にルツボ2が配置されている。ルツボ2は二重構造になっており、内側の石英ルツボ2aと、外側の黒鉛ルツボ2bとから構成される。このルツボ2は、支持軸3の上端部に固定され、その支持軸3の回転駆動および昇降駆動を介して、周方向に回転するとともに軸方向に昇降することが可能である。

【0028】

ルツボ2の外側には、ルツボ2を囲繞する抵抗加熱式のヒータ4が配設され、そのさらに外側には、チャンバ1の内面に沿って断熱材5が配されている。ヒータ4は、ルツボ2内に充填されたシリコン原料を溶融させ、これにより、ルツボ2内に原料融液10が形成される。

【0029】

ルツボ2の上方には、支持軸3と同軸上にワイヤなどの引き上げ軸6が配されている。引き上げ軸6は、チャンバ1の上端に設けられた図示しない引き上げ機構により回転するとともに昇降することが可能である。引き上げ軸6の先端には、種結晶7が取り付けられている。引き上げ軸6の駆動に伴って、種結晶7をルツボ2内の原料融液10に浸漬し、その種結晶7を回転させながら徐々に上昇させることにより、種結晶7の下方に、シリコン単結晶11として、ネック部11a、ショルダー部11b、直胴部11c、および図示しないテイル部が順に育成される。

【0030】

さらに、チャンバ1内には、引き上げ中のシリコン単結晶11を囲繞する筒状の熱遮蔽体8が配設されている。熱遮蔽体8は、ルツボ2内の原料融液10やヒータ4からの放射熱を遮断し、引き上げ中のシリコン単結晶11の冷却を促進させる役割を果たす。

【0031】

また、チャンバ1の外側には、ルツボ2を挟んで対向する一対の電磁コイル9が配設されている。電磁コイル9は、電磁コイル9同士の間で水平方向の横磁場を発生させ、ルツボ2内の原料融液10に横磁場を印加する。図2中に一点鎖線で示す横磁場の磁場中心線Cは、対向する電磁コイル9の中心点を結ぶコイル中心線に相当し、ルツボ2の中心軸、すなわち育成するシリコン単結晶11の中心軸と直交するように配置されている。電磁コイル9は、図示しない昇降機構により互いに同期して昇降することが可能であり、昇降により、ルツボ2内の原料融液10の液面Sの位置に対して、磁場中心線Cの位置を高さ方向に調整させることができる。

【0032】

図3は、本発明の一実施形態であるシリコン単結晶の育成方法における工程を説明する図であり、同図(a)は直胴部の育成を開始したときの状態を示し、同図(b)は直胴部の育成中に横磁場の磁場中心線の位置を変更したときの状態を示している。

【0033】

図3(a)に示すように、ネック部11aおよびショルダー部11bの育成後に直胴部11cを育成するに際し、電磁コイル9による横磁場の磁場中心線Cの位置を、ルツボ2内の原料融液10の液面Sの位置よりも高い第1の位置に設定し、この状態で直胴部11

10

20

30

40

50

cの育成を開始する。すなわち、直胴部11cの育成初期では、磁場中心線Cの位置を原料融液10から上方に外れた位置に維持した状態で、直胴部11cの育成を行う。

【0034】

その後、図3(b)に示すように、直胴部11cの育成中に、磁場中心線Cの位置を、原料融液10の液面Sの位置と同じ、またはそれよりも低い第2の位置に変更して、直胴部11cの育成を継続する。すなわち、直胴部11cの育成中期以降では、磁場中心線Cの位置を原料融液10内の位置に維持した状態で、直胴部11cの育成を行う。同図(b)では、磁場中心線Cの位置が原料融液10の液面Sの位置よりも低い位置にある状態を示している。

【0035】

このようなシリコン単結晶の育成方法によれば、直胴部を育成する際の初期に、横磁場の磁場中心線の位置を原料融液の液面の位置よりも高い第1の位置に設定しているため、育成初期に対応する直胴部の上部で酸素濃度を低下させることができ、直胴部の上部の高酸素化を抑制することが可能になる。これは、下記の理由から説明できる。

【0036】

図4は、横磁場の磁場中心線の位置を原料融液の液面位置よりも高い位置に設定した育成において単結晶中の酸素濃度が低減する理由を説明する図である。同図に示すように、横磁場の磁場中心線Cの位置を原料融液10の液面Sの位置よりも高い位置に設定した状態では、磁場中心線Cの位置が原料融液10から上方に外れていることから、横磁場の印加によって原料融液10に作用する対流の抑制効果が薄れ、原料融液10に緩やかな自然対流が生じる。この自然対流は、同図中に実線矢印で示すように、ルツボ2の内表面に沿って上昇し、原料融液10の液面Sの近傍を径方向の内向きに流れる対流である。

【0037】

一方、原料融液10にはルツボ2(石英ルツボ2a)の内表面から酸素が溶出するが、この酸素は、原料融液10の緩やかな自然対流によって原料融液10の液面Sの近傍に達し、その液面Sから上方の炉内雰囲気中に放出される。このため、原料融液10のうちで同図中に斜線で示す液面Sの近傍の領域Aでは酸素が低減し、この低酸素領域Aが原料融液10の緩やかな自然対流によってシリコン単結晶11の結晶成長界面に順次送り込まれる。これにより、シリコン単結晶11は、原料融液10の低酸素領域Aを原料にして育成される結果、酸素濃度が低下したものになる。

【0038】

このような理由から、本発明のシリコン単結晶の育成方法では、直胴部の育成初期に、横磁場の磁場中心線の位置を原料融液から上方に外れた第1の位置に設定しているため、直胴部の上部の高酸素化を抑制することができる。このとき、原料融液の対流の抑制効果が薄れるとはいえ、その効果は依然発揮されるため、変動の少ない熱環境下で直胴部の育成が可能であり、有転位化や直径変動などが発生しない優れた品質の直胴部を育成することができる。

【0039】

さらに、このときの原料融液の対流の抑制効果をより確実に確保するには、第2の位置で印加する横磁場の強度よりも、第1の位置で印加する横磁場の強度を高く設定することが好ましい。例えば、第1の位置で印加する横磁場の強度を3000~3500G(ガウス)の範囲内とし、第2の位置で印加する横磁場の強度を2500~3000Gの範囲内とすることができる。

【0040】

また、本発明のシリコン単結晶の育成方法では、直胴部の育成中に、磁場中心線の位置を、第1の位置から、原料融液の液面の位置と同じ、またはそれよりも低い第2の位置に変更して育成を行っているため、横磁場の印加による原料融液の対流の抑制効果が有効に発揮される。これにより、変動の少ない熱環境下で直胴部の育成が可能であり、有転位化や直径変動などが発生しない安定した品質の直胴部を育成することができる。

【0041】

10

20

30

40

50

しかも、磁場中心線の位置を第1の位置から第2の位置に変更した育成により、酸素濃度の過剰な低下が抑えられ、酸素濃度が引き上げ方向全域に亘って均一な直胴部を有するシリコン単結晶を育成することができる。

【0042】

このような本発明の育成方法により、酸素濃度が $7 \sim 14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  (ASTM F121-1979)の範囲内に調整された直胴部を有するシリコン単結晶を得ることができる。しかも、その直胴部において、引き上げ方向における酸素濃度の最大値と最小値の差を $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以内に確保することができる。

【0043】

従来、直胴部の直径が300mm以上になる大口径のシリコン単結晶の育成する際に、直胴部の上部で酸素濃度が高くなることが問題視されているが、本発明の育成方法は、この問題を解消することができるため、大口径の単結晶の育成に有効である。また、本発明の育成方法は、直胴部の直径が300mm未満のシリコン単結晶の育成においても、引上げ方向における酸素濃度の均一化に有効に作用するものである。

【0044】

上述した本発明の育成方法において、第1の位置から第2の位置に磁場中心線の位置を変更するタイミングは、シリコン単結晶の育成を開始する前のルツボ内の原料融液量(初期原料融液量)に対するシリコン単結晶の重量の比率、いわゆる育成中の単結晶の固化率が、25%以上に達したときとする。25%未満であると、直胴部の上部での高酸素化の抑制が不十分となるからである。その上限については、あまりに大きくし過ぎると直胴部中の酸素濃度が過剰に低下するため、45%以下とする。

【0045】

また、本発明の育成方法において、第1の位置は、直胴部の上部での高酸素化の抑制効果を有効に発揮させるため、原料融液の液面位置から上方に70mmまでの範囲内とし、原料融液の液面位置から上方に50mmまでの範囲内とすることが好ましい。上記の第2の位置については、原料融液の対流の抑制効果を有効に発揮させるため、原料融液の液面位置から下方に70mmまでの範囲内とし、原料融液の液面位置から下方に50mmまでの範囲内とすることが好ましい。

【0046】

磁場中心線の位置を第1の位置から第2の位置に変更するに際しては、目標とする位置まで一気に変更してもよいが、段階的に徐々に変更することもできる。このとき、磁場中心線の位置の変更に伴って、横磁場の強度も目標とする強度まで一気に変更してもよいし、段階的に徐々に変更してもよい。

【実施例1】

【0047】

本発明のシリコン単結晶の育成方法による効果を確認するため、以下の試験を行った。前記図2に示す単結晶育成装置を用い、内径32インチのルツボを使用し、これにシリコン原料として多結晶シリコン400kg充填して溶融させ、この原料融液から直径が310mmで、ショルダー部を形成後の直胴部開始時点から直胴部の下端までの長さが1900mmのシリコン単結晶を育成した。

【0048】

その際、磁場中心線の位置を原料融液の液面位置から上方に50mmの位置(第1の位置)に設定した状態で、横磁場の強度を3000Gとして直胴部の育成を開始し、その後、育成中のシリコン単結晶の固化率が25%に達したときに、磁場中心線の位置を原料融液の液面位置と同じ位置(第2の位置)に変更するとともに、横磁場の強度を2500Gに変更し、単結晶の育成を行った。ここでいう固化率とはショルダー部形成開始からの固化率である。

【0049】

また、比較のために、磁場中心線の位置を原料融液の液面位置と同じ位置で一定とした

10

20

30

40

50

場合、および磁場中心線の位置を原料融液の液面位置から上方に50mmの位置で一定とした場合で、単結晶の育成を行った。いずれの場合も、横磁場の強度を2500Gと一定にした。

【0050】

その本発明例および比較例の試験で育成したシリコン単結晶それぞれについて、直胴部の引き上げ方向全域に亘ってサンプルウェーハを採取し、ASTM F121-1979に規定される赤外吸収法に準拠して、フーリエ変換型赤外分光光度計(F T I R)を用いて各サンプルウェーハの酸素濃度を測定した。

【0051】

図5は、本発明例および比較例の試験で育成したシリコン単結晶における引き上げ方向での酸素濃度の分布を示す図である。同図では、本発明例として、直胴部の育成中に磁場中心線の位置を第1の位置から第2の位置に変更した場合の結果を黒塗り四角印で示し、比較例として、磁場中心線の位置を原料融液の液面位置と同じ位置で一定とした場合の結果を丸印で、磁場中心線の位置を原料融液の液面位置から上方に50mmの位置で一定とした場合の結果を三角印でそれぞれ示している。

10

【0052】

同図に示すように、いずれの場合も、直胴部中の酸素濃度が引き上げ方向の全域に亘り $7 \sim 14 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の範囲内であるが、そのうちの比較例では、直胴部前半部位(直胴部長さ200mm~700mm部分)で酸素濃度が顕著に高く、酸素濃度の最大値と最小値の差が $3 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ を超え、酸素濃度のバラツキが大きくなった。一方、本発明例では、酸素濃度が引き上げ方向の全域に亘り均一になり、酸素濃度の最大値と最小値の差を $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以内に確保できた。

20

【0053】

しかも、本発明例で育成したシリコン単結晶の直胴部は、直胴部の引上げ長さ方向の全域に亘って、目標直径310mmに対して $\pm 1 \text{ mm}$ の範囲に制御することができた。これは、本発明例では磁場中心位置の変更により、直胴部前半の酸素濃度変動を抑制することで、ルツボ回転速度や炉内圧の変動幅を小さくできたことによるものである。

【実施例2】

【0054】

本発明のシリコン単結晶の育成方法において、磁場中心線が設定される第1の位置および第2の位置の好適な範囲を検証するため、上記の実施例1における本発明例の試験と同様にして試験を行った。その際、第1の位置として、原料融液の液面位置から上方に20mm、50mmおよび70mmとした位置を選択し、また、第2の位置として、原料融液の液面位置から下方に0mm、20mm、50mmおよび70mmとした位置を選択し、試験番号1~6のシリコン単結晶を育成した。試験番号1~6のシリコン単結晶それぞれからサンプルウェーハを採取して酸素濃度を測定し、代表的に固化率が15%、30%および70%の時点でのサンプルウェーハの酸素濃度を評価した。その結果を下記の表1に示す。

30

【0055】

【表 1】

表 1

試験 No.	磁場中心線 位置	酸素濃度 [ $\times 10^{17}$ atoms/cm <sup>3</sup> ]			
		固化率 15%	固化率 30%	固化率 70%	バラツキ
1	第1 : 70[mm] 第2 : 0[mm]	10.0	10.8	10.9	0.9
2	第1 : 50[mm] 第2 : 0[mm]	10.8	10.7	10.6	0.2
3	第1 : 20[mm] 第2 : 0[mm]	11.4	10.8	10.9	0.6
4	第1 : 50[mm] 第2 : -20[mm]	10.7	10.9	11.0	0.3
5	第1 : 50[mm] 第2 : -50[mm]	10.6	11.2	11.3	0.7
6	第1 : 50[mm] 第2 : -70[mm]	10.6	11.3	11.6	1.0

注) 磁場中心線位置の「-」は、原料融液の液面位置から下方であることを意味する。

## 【 0 0 5 6 】

同表に示すように、試験番号 1 ~ 6 のいずれの場合も、酸素濃度の最大値と最小値の差を  $1 \times 10^{17}$  atoms / cm<sup>3</sup> 以内に確保でき、酸素濃度が引き上げ方向の全域に亘り均一であった。ただし、原料融液の液面位置から上方に 70 mm の位置を第 1 の位置とした試験番号 1 では、他の試験番号のものと比較して、第 1 の位置が影響する固化率が 15 % の時点で、酸素濃度が低く高酸素化の抑制効果が著しい傾向にあった。また、原料融液の液面位置から下方に 70 mm の位置を第 2 の位置とした試験番号 6 では、他の試験番号のものとは比較して、第 2 の位置が影響する固化率が 30 % および 70 % の時点で、酸素濃度が高くなる傾向にあった。表 1 に示す結果から、第 1 の位置の好適範囲は、原料融液の液面位置から上方に 50 mm までの範囲内であり、第 2 の位置の好適範囲は、原料融液の液面位置から下方に 50 mm までの範囲内であることが明らかになった。

## 【産業上の利用可能性】

## 【 0 0 5 7 】

本発明のシリコン単結晶の育成方法によれば、直胴部を育成する際の初期に、横磁場の磁場中心線の位置を原料融液の液面から上方に外れた位置に設定しているため、育成初期に対応する直胴部の上部で酸素濃度を低下させることができ、さらに、横磁場の印加による原料融液の対流の抑制効果から、変動の少ない熱環境下で直胴部の育成が可能で、有転位化や直径変動などが発生しない。

## 【 0 0 5 8 】

また、直胴部の育成中に、磁場中心線の位置を、原料融液内の位置に変更して育成を行っているため、原料融液の対流の抑制効果が有効に発揮され、有転位化や直径変動などが発生しない直胴部の育成が可能となり、さらに、酸素濃度の過剰な低下が抑えられる。これらから、直胴部の上部の高酸素化を抑制し、酸素濃度が引き上げ方向に均一で安定した品質の直胴部を育成することができる。この育成方法により、大口径で品質の安定したシリコン単結晶を製造することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【 0 0 5 9 】

10

20

30

40

50

【図 1】磁場中心線の位置を原料融液の液面位置と同じ位置に設定して育成を行った単結晶と、液面位置から 50 mm 高い位置に磁場中心線の位置を設定して育成を行った単結晶における引き上げ方向での酸素濃度の分布を示す図である。

【図 2】本発明の一実施形態である HMCZ 法によるシリコン単結晶の育成に適した単結晶育成装置の構成を模式的に示す図である。

【図 3】本発明の一実施形態であるシリコン単結晶の育成方法における工程を説明する図であり、同図 (a) は直胴部の育成を開始したときの状態を示し、同図 (b) は直胴部の育成中に横磁場の磁場中心線の位置を変更したときの状態を示している。

【図 4】横磁場の磁場中心線の位置を原料融液の液面位置よりも高い位置に設定した育成において単結晶中の酸素濃度が低減する理由を説明する図である。

【図 5】本発明例および比較例の試験で育成したシリコン単結晶における引き上げ方向での酸素濃度の分布を示す図である。

【符号の説明】

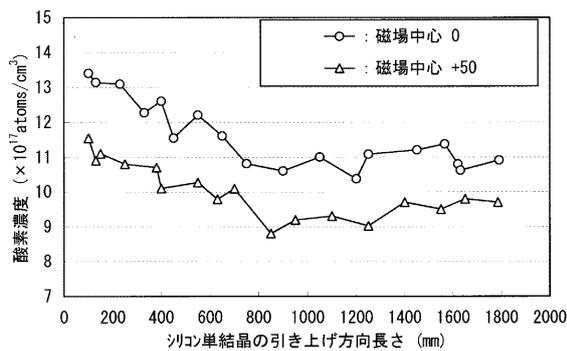
【0060】

- 1 : チャンバ、
- 2 : ルツボ、
- 2a : 石英ルツボ、
- 2b : 黒鉛ルツボ、
- 3 : 支持軸、
- 4 : ヒータ、
- 5 : 断熱材、
- 6 : 引き上げ軸、
- 7 : 種結晶、
- 8 : 熱遮蔽体、
- 9 : 電磁コイル、
- 10 : 原料融液、
- 11 : シリコン単結晶、
- 11a : ネック部、
- 11b : ショルダー部、
- 11c : 直胴部、
- C : 磁場中心線、
- S : 原料融液の液面、
- A : 原料融液の低酸素領域

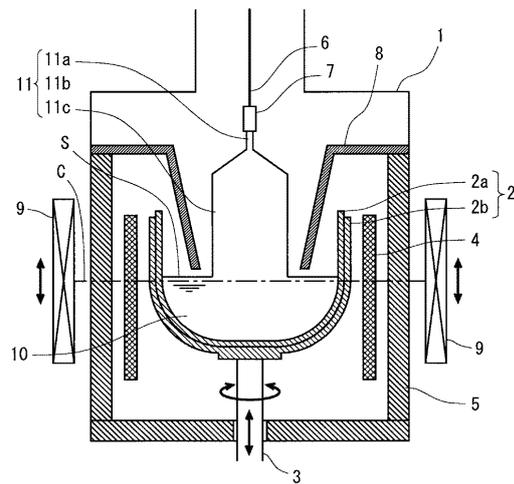
10

20

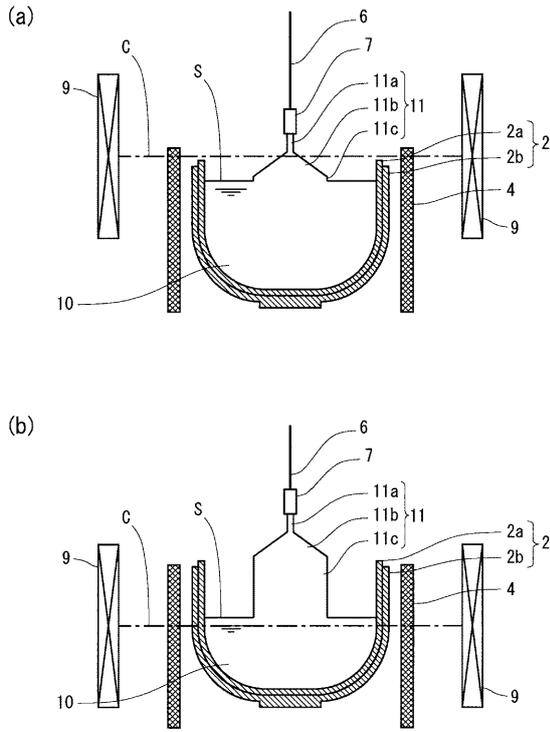
【図 1】



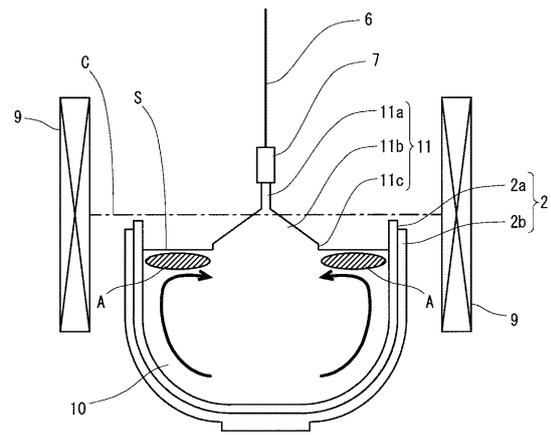
【図 2】



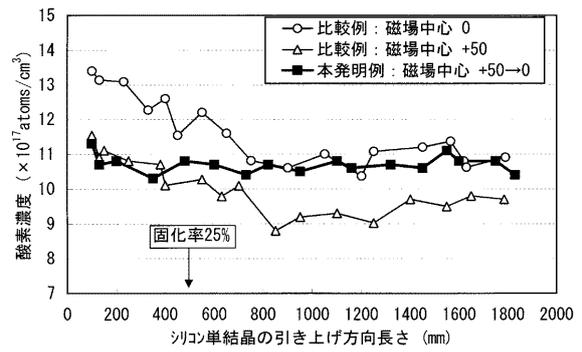
【図3】



【図4】



【図5】



---

フロントページの続き

(72)発明者 工藤 智司

東京都港区芝浦一丁目2番1号

株式会社SUMCO内

審査官 田中 則充

(56)参考文献 特開平08-231294(JP,A)  
特開2006-069841(JP,A)  
特開2007-204312(JP,A)  
特開2007-008795(JP,A)  
特開2004-189559(JP,A)  
特開平04-031386(JP,A)  
特開昭60-033291(JP,A)  
特開2008-214118(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B1/00-35/00