

明 細 書

発明の名称：

単結晶引き上げ装置、及び単結晶引き上げ装置に用いられる低熱伝導性部材

技術分野

[0001] 本発明は、チョクラルスキー法により、シリコン、ゲルマニウム等の単結晶化する金属原料から金属単結晶を作製する単結晶引き上げ装置、及び単結晶引き上げ装置に用いられる低熱伝導性部材に関し、特に、該単結晶引き上げ装置に用いられるルツボから熱がルツボ回転軸を経由して炉外に逃げるのを防止した熱逃げ防止構造に関するものである。

背景技術

[0002] (第1の先行技術)

多結晶シリコンからシリコン単結晶を作製する方法としては、チョクラルスキー法（以下、「CZ法」という。）がある。このCZ法に用いられる単結晶引き上げ装置の一般的な構成は、シリコン融液を収容する石英ルツボ、該石英ルツボを保持する黒鉛ルツボ、該黒鉛ルツボを下部で固定保持するための受け皿、該受け皿を下部で支持し受皿及びルツボを回転させながら昇降させるルツボ回転軸、前記黒鉛ルツボの外周に配置されているヒータ等から構成されている。そして、ヒータにより黒鉛ルツボ及び石英ルツボを加熱してシリコンを融液している。

[0003] このような単結晶引き上げ装置においては、ルツボ、受け皿、及びルツボ回転軸は、全て黒鉛製であるのが一般的であるため、以下のような問題が生じている。即ち、黒鉛材は熱伝導率が高い材料であるため、ルツボ内の熱は、受け皿からルツボ回転軸に伝導され、炉外に逃げてしまう。換言すれば、金属を溶解するために加えた熱量が黒鉛材料を伝導して逃げるため、熱ロスが発生している。これにより、ルツボ内の温度が低下するため、この熱ロスをカバーするためには、ロス分だけ余分に加熱する必要があり、電力を余分に

消費することになるという問題がある。また、他の問題は、ルツボ底部からの熱逃げ量が大きいと、石英ルツボ底部の熔融物（シリコンやゲルマニウム等）の温度が低下してしまい、ルツボ上部の熔融物の温度との差により熔融物の対流が起こってしまう。この対流は、単結晶引き上げ装置には大敵となり、安定して引き上げを行うことができなくなる。

[0004] そこで、かかる課題を解決するため、ルツボ回転軸に軸方向の熱伝導を抑制する低熱伝導部材を介在配置することが提案されている（以下の特許文献 1 参照）。また、特許文献 1 は、当該低熱伝導部材を炭素繊維強化炭素複合材で形成すること、ルツボ回転軸を全て炭素繊維強化炭素複合材で形成すること等を提案している。

[0005] （第 2 の先行技術）

多結晶シリコンからシリコン単結晶を作製する方法としては、チョクラルスキー法（以下、「CZ 法」という。）がある。この CZ 法に用いられる単結晶引き上げ装置の一般的な構成は、図 10 に示すように、シリコン融液を収容する石英ルツボ 50、該石英ルツボ 50 を保持する黒鉛ルツボ 51、該黒鉛ルツボ 51 及び石英ルツボ 50 を回転させながら昇降させるルツボ回転軸 52、前記黒鉛ルツボ 51 の外周に配置されているヒータ 53 等から構成されている。なお、54 は熱遮蔽部材、55、56 は SiO ガス等の排気経路、57 は排気口である。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献 1：特開平 10-81592 号公報

特許文献 2：特許第 2528285 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] （第 1 の先行技術に関する発明が解決しようとする課題）

上記特許文献 1 に記載の従来例では、ルツボからの熱がルツボ回転軸を介

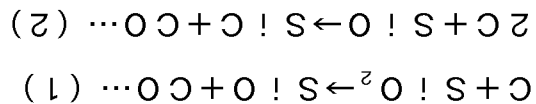
して下部に伝達することを抑制できる。しかし、低熱伝導部材は高価であり、且つ熱伝導の抑制が十分でなく、低価格で且つ熱伝導の抑制の効果がより大きい構成が求められている。

[0008] また、上記特許文献 1 に記載の従来例の他の問題は、従来品のルツボ回転軸をそのまま使用することはできず、ルツボ回転軸に低熱伝導部材介入用の溝や穴等を加工する必要がある。そのため、製造コストのアップを招く。また、ルツボ回転軸を全て炭素繊維強化炭素複合材で形成する場合には、従来品のルツボ回転軸に比べて製造コストが大幅にアップし、非実用的である。

[0009] そこで、従来から、ルツボ回転軸から炉外への熱逃げをより抑制することができると共に、コストを安価に抑えた熱逃げ防止構造を備えた単結晶引上げ装置が要望されていた。

[0010] (第 2 の先行技術に関する発明が解決しようとする課題)

上記のような単結晶引上げ装置においては、石英ルツボ 50 に充填した多結晶シリコン塊を溶解するために周囲からヒータ 53 で加熱するが、石英ルツボ 50 を直接加熱すると高温で軟化変形して壊れるため、それを防止する目的で外側に黒鉛ルツボ 51 を置いて保持する。この黒鉛ルツボ 51 は、冷却時に石英ルツボ 50 との収縮量の差で破損するのを防止するために、縦に 2 又は 3 分割されているのが一般的である。ところが、石英ルツボ 50 と黒鉛ルツボ 51 は常と同じ位置で接触したまま高温になるため、黒鉛ルツボ 51 以下 (1)、(2) の反応が生じる。



[0011] この酸化反応によって分割面の側面から底面にかかる曲面部 (R 部分) で徐々に消耗して肉厚が小さくなり、内面側では珪化 (S : C) 反応によって S : C が内表面から内部に向かって生成する。この S : C は単結晶引上げ中に、高温に維持される時間の最も長い R 部分付近で最も厚く生成する。そして、黒鉛の六方晶系中にシリコン (S : C) が入り込むことによって S : C が生成するため、黒鉛ルツボの内面側で三次元方向に体積が膨張する。

上下方向では内面側が膨張して上部が外側に反るだけでなく、円周方向でも体積膨張によって分割面で本来の円形から楕円形に変形しようとする。即ち、黒鉛ルツボ内部には変形を生じさせる内部応力が生じる。この応力はS i C厚みが大きくなるにつれて大きくなり、そのまま使用し続けるとついには黒鉛の引張強さを超えてルツボは破損するという問題を生じる。勿論、分割部R部での消耗も使用時間が長くなるにつれて大きくなり、肉厚が局所的に小さくなり、強度面での安全率が低下する。

このような酸化消耗による肉厚低減と珪化（S i C化）による問題を回避するために黒鉛ルツボは消耗品として定期的に交換される。

[0012] そこで、従来から、黒鉛ルツボに関する酸化消耗による肉厚低減と珪化（S i C化）による問題を回避することが可能なルツボ装置を備えた単結晶引き上げ装置が所望されていた。

[0013] 本発明の目的は、上記の実情を鑑みて考え出されたものであり、ルツボ回転軸から炉外への熱逃げをより抑制することができ、しかも、ルツボ、受け皿、ルツボ回転軸等の単結晶引き上げ装置の構成部材をそのまま使用することができ、製造コストを安価に抑えることのできる単結晶引き上げ装置、及び単結晶引き上げ装置に用いられる低熱伝導性部材を提供することである。

また、本発明の他の目的は、上記の実情を鑑みて考え出されたものであり、黒鉛ルツボに関する酸化消耗による肉厚低減と珪化（S i C化）による問題を回避することが可能な単結晶引き上げ装置を提供することである。

課題を解決するための手段

[0014] 上記目的を達成するため本発明は、ルツボと該ルツボを下部で固定保持するための受け皿とで構成されるルツボ装置と、該受け皿を下部で支持し受け皿及びルツボを回転させながら昇降させるルツボ回転軸とを備えた単結晶引き上げ装置であって、前記ルツボと前記受け皿との間、及び、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との間の少なくとも一方に、空隙部が形成されていることを要旨とする。

[0015] ここで、本発明に係る単結晶引き上げ装置は、シリコン融液を収納する石

英ルツボと該石英ルツボを保持する黒鉛ルツボとを備えたシリコン単結晶引き上げ装置の他に、ゲルマニウム融液等を直接黒鉛ルツボに収納する単結晶引き上げ装置も含む。

[0016] 上記構成によれば、ルツボと受け皿との間、及び、受け皿とルツボ回転軸との間の少なくとも一方に、空隙部が形成されていることにより、熱逃げを抑制することができる。具体的に説明すると、ヒータからルツボに伝達される熱量の一部は、受け皿、ルツボ回転軸を経て炉外に逃げていく。このとき、（１）ルツボと受け皿との間に空隙部が形成されている場合は、ルツボから受け皿への熱逃げが抑制され、（２）受け皿とルツボ回転軸との間に空隙部が形成されている場合は、受け皿からルツボ回転軸への熱逃げが抑制され、（３）ルツボと受け皿との間に空隙部が形成されていると共に、受け皿とルツボ回転軸との間にも空隙部が形成されている場合は、ルツボから受け皿への熱逃げが抑制され、更に、受け皿からルツボ回転軸への熱逃げが抑制される。従って、上記（１）～（３）のいずれの場合であっても、ルツボ回転軸の下部方向への熱伝導が減少し、その結果、ルツボ回転軸から炉外に漏洩する熱量を減少することができる。このように、ルツボと受け皿との間、及び、受け皿とルツボ回転軸との間の少なくとも一方に、空隙部を形成することにより、ルツボ回転軸から炉外に漏洩する熱量を低減できるため、ルツボ内のシリコン等の金属原料融液に加わる熱量を維持し、ルツボ内の温度を金属原料の融点以上に保持することができる。換言すれば、空隙部の形成により、ルツボ回転軸下部から漏洩する熱量が低減するため、熱損失を考慮してヒータの発熱量を多量に必要とすることがなくなる。

[0017] また、空隙部は低熱伝導部材よりも熱逃げ抑制効果が大きいいため、従来例のようなルツボ回転軸に低熱伝導部材を介在配置する構成に比べて、本発明の方がより効果的に熱逃げを抑制することができる。

[0018] 尚、空隙部を形成するためには、例えば、ルツボと受け皿との接合面、受け皿とルツボ回転軸との接合面に、薄い部材を介在配置すればよく、このような構成であれば、ルツボ、受け皿、ルツボ回転軸等の単結晶引き上げ装置の

構成部材をそのまま使用することができ、製造コストを安価に抑えることが可能となる。

[0019] また、本発明においては、前記ルツボと前記受け皿との間に形成される空隙部は、ルツボ底部の下側に位置している構成であるのが好ましい。

[0020] 上記構成であれば、ルツボ底部からの熱逃げ量を抑制することができるため、ルツボ底部の溶融物の温度の低下を防ぐことができ、ルツボ上部の溶融物の温度との差に起因した溶融物の対流の発生を抑制することができる。

[0021] また、本発明においては、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との間に形成される空隙部は、受け皿底部の下に位置している構成であるのが好ましい。

[0022] 上記構成であれば、ルツボ底部からの熱が受け皿に伝導され易くても、受け皿底部からルツボ回転軸への伝達が抑制されるので、実質的にはルツボ底部からの熱逃げ量を抑制することができることを意味する。従って、受け皿底部の下に空隙部を形成する場合であっても、ルツボ底部の溶融物の温度の低下を防ぐことができ、ルツボ上部の溶融物の温度との差に起因した溶融物の対流の発生を抑制することができることになる。

[0023] また、本発明においては、前記ルツボと前記受け皿との接合面、及び、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との接合面の少なくとも一方に、主面に対して垂直方向（厚み方向に相当）の熱伝導が低い低熱伝導性部材が介在している構成であるのが好ましい。

[0024] 上記構成であれば、ルツボと受け皿とが直接接触することはなく、また、受け皿とルツボ回転軸とが直接接触することはない。従って、逃げ熱は必ず低熱伝導性部材を通過することになるため、低熱伝導性部材により熱伝導が抑制される。従って、ルツボ回転軸への熱逃げを遅延させることができ、ルツボの熱量ロスを防止できる。

[0025] 更に、ルツボと受け皿との接合面や受け皿とルツボ回転軸との接合面に、低熱伝導性部材が介在する構成であるため、ルツボ、受け皿、ルツボ回転軸等の単結晶引上げ装置の構成部材をそのまま使用することができ、従来例のようにルツボ回転軸に低熱伝導部材介在用の溝や穴等を加工する必要がなく

、製造コストを安価に抑えることができる。

[0026] 尚、低熱伝導性部材は、熱伝導を減少させることができる材質であれば、特に限定されるものではないが、上側に載るルツボ、受け皿等の重量により発生する圧縮応力に対しても十分な耐性を有する材質であるのが好ましい。ルツボ等の人造黒鉛と同等の強度があれば十分であり、圧縮強度が80MPa以上のものが好ましい。低熱伝導性部材の「低熱伝導」の範囲としては、室温の条件下で、熱伝導率が10W/m・K以下であり、好ましくは5W/m・K以下である。

[0027] また、本発明においては、前記低熱伝導性部材は1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材から成るのが好ましい。

[0028] 炭素繊維強化炭素複合材は主面に対して垂直方向への圧縮強度は、黒鉛材よりも高く、200MPa以上である場合もあり、炭素繊維強化炭素複合材の上側に載るルツボ、受け皿等の重量により発生する圧縮応力に対しても十分な耐性を有しているため、本発明に係る低熱伝導性部材の素材としては好都合である。従って、低熱伝導性部材の素材としては、1次元の炭素繊維強化炭素複合材、2次元の炭素繊維強化炭素複合材、3次元の炭素繊維強化炭素複合材のいずれを用いてもよいが、好ましくは1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材である。その理由は以下の通りである。

[0029] 1次元の炭素繊維強化炭素複合材及び2次元の炭素繊維強化炭素複合材は共に主面に対して垂直方向（炭素繊維強化炭素複合材の厚み方向）への熱伝導率が低い性質を有していることから、ルツボからの熱逃げを効果的に防止できる。3次元の炭素繊維強化炭素複合材は、垂直方向の熱伝導率が高い性質を有しているため、断熱効果が1次元の炭素繊維強化炭素複合材や2次元の炭素繊維強化炭素複合材よりも悪く、また、極めて高価である。従って、低熱伝導性部材の断熱効果及び価格を考慮すれば、低熱伝導性部材の素材としては1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材が好ましいことになる。

[0030] また、本発明においては、前記炭素繊維強化炭素複合材は、略環状に形成されている構成であるのが好ましい。

炭素繊維強化炭素複合材の形状としては、円形状、環状等のいずれの形状であってもよいが、好ましくは環状である。なぜなら、炭素繊維強化炭素複合材が略環状に形成されていると、ルツボ底部下側や受け皿底部下側に空隙部を確実に形成することができるからである。加えて、ルツボを安定よく固定、支持することも可能となるからである。更に、円形形状に比べて、環状形状の方が接触面積が小さいため、熱逃げ防止効果をさらに高めることができる。

[0031] 本発明は、単結晶引き上げ装置に用いられる低熱伝導性部材であって、前記ルツボと前記受け皿との接合面、及び、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との接合面の少なくとも一方に介在され、ルツボからルツボ回転軸への熱の伝導を抑制するために用いられることを要旨とする。

本発明においては、低熱伝導性部材が1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材から成るのが好ましい。

また、低熱伝導性部材は略環状に形成されているのが好ましい。

[0032] また、本発明に係る単結晶引き上げ装置においては、ルツボ装置は、直胴部と底部と該底部から該直胴部に連なる曲面状部分とからなる石英ルツボと、該石英ルツボを下部で保持する黒鉛製受け皿とから構成されるのが好ましい。

[0033] 上記の如く、黒鉛ルツボを使用しないルツボ装置により、従来から問題とされてきた黒鉛ルツボに関する酸化消耗による肉厚低減と珪化（SiC化）による問題を回避することが可能となる。

また、製造が容易で、且つコストの低減を図ることができる。具体的に説明すると、従来例の黒鉛ルツボは、黒鉛ブロックを有底円筒状に削り抜き加工を行い、さらに内部を仕上げ加工して製造していた。そのため、製造に手間がかかっていた。これに対して、黒鉛製受け皿の場合は、直胴部のない皿状であるので、加工が簡単であり、製造に手間がかからないというメリット

がある。加えて、直胴部がないので、材料コストを低減できるというメリットもある。

[0034] また、本発明においては、前記受け皿は、少なくとも前記石英ルツボの底部を保持する構成であるのが好ましい。

[0035] 受け皿は少なくとも石英ルツボの底部を保持すれば十分である。

[0036] また、本発明においては、前記受け皿は、前記石英ルツボの底部及び曲面状部分を保持する構成であるのが好ましい。

[0037] 上記の如く、石英ルツボの底部に加えて、曲面状部分を保持する構成であれば、ヒータで加熱された場合に、石英ルツボの軟化による変形が抑えられる。従って、後述する介在部材を使用した単結晶引き上げ装置においては、石英ルツボと介在部材との接触の恐れが軽減されるので、製造プロセス中において石英ルツボと介在部材とが接触して支障をきたす恐れはない。

[0038] また、本発明においては、前記受け皿の外周面と、前記石英ルツボの直胴部外周面とは、略面一となっている構成であるのが好ましい。石英ルツボと介在部材との間隔をより狭い状態に配置し易くなる。

[0039] また、本発明においては、更に、前記ルツボ装置を加熱するためのルツボ装置用加熱装置を備え、このルツボ装置用加熱装置は、前記ルツボ装置の外周を囲むようにして配置されるヒータと、前記ルツボ装置と前記ヒータとの間に介在され、ルツボ装置の外周を囲むようにして配置される円筒状の炭素質材から成る介在部材と、を備えているのが好ましい。

[0040] 上記構成によれば、ヒータの熱は、黒鉛製介在部材を介して石英ルツボを加熱する。このとき、介在部材は円筒状でスリットがない構成であるので、ヒータの発熱バラツキが介在部材により緩和されて石英ルツボを加熱することになる。このため、石英ルツボは均一に加熱されることになる。

[0041] また、本発明においては、前記介在部材は、前記石英ルツボと微小隙間をあけて配置されている構成であるのが好ましい。

[0042] 微小隙間Mの大きさは、例えば、22インチサイズの石英ルツボを使用する場合には1～3mm程度である。このように規制するのは、狭すぎると石

英ルツボの僅かな変形で接触する恐れがあり、広すぎるとヒータからの伝熱不足が起こるおそれがあることによる。

発明の効果

[0043] 本発明によれば、ルツボと受け皿との間、及び、受け皿とルツボ回転軸との間の少なくとも一方に、空隙部を形成することにより、ルツボ回転軸から炉外に漏洩する熱量を低減できるため、ルツボ内のシリコン等の金属原料融液に加わる熱量を維持し、ルツボ内の温度を金属原料の融点以上に保持することができる。換言すれば、空隙部の形成により、ルツボ回転軸下部から漏洩する熱量が低減するため、熱損失を考慮してヒータの発熱量を多量に必要とすることがなくなる。

[0044] また、空隙部は低熱伝導部材よりも熱逃げ抑制効果が大きいため、従来例のようなルツボ回転軸に低熱伝導部材を介在配置する構成に比べて、本発明の方がより効果的に熱逃を抑制することができる。

[0045] 更に、空隙部を形成するためには、例えば、ルツボと受け皿との接合面、受け皿とルツボ回転軸との接合面に、薄い部材を介在配置すればよく、このような構成であれば、ルツボ、受け皿、ルツボ回転軸等の単結晶引き上げ装置の構成部材をそのまま使用することができ、製造コストを安価に抑えることが可能となる。

図面の簡単な説明

[0046] [図1]実施の形態1-1に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図2]実施の形態1-2に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図3]ルツボ底部を説明するための図。

[図4]実施の形態1-3に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図5]実施の形態2に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図6]図5の一部を拡大した断面図。

[図7]実施の形態3-1に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図8]実施の形態3-2に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図9]実施の形態3-3に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

[図10]従来例のシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図。

発明を実施するための形態

[0047] 以下、本発明を実施の形態に基づいて詳述する。なお、本発明は、以下の実施の形態に限定されるものではない。

[0048] [実施の形態 1]

(実施の形態 1 - 1)

(金属単結晶引き上げ装置の構成)

図 1 は本実施の形態 1 - 1 に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図である。図において、1 は単結晶引き上げ装置、2 はシリコン融液 3 を収容する石英ルツボ、4 は石英ルツボ 2 を保持する黒鉛ルツボ、5 は黒鉛ルツボ 4 を下部で固定保持するための黒鉛製受け皿、6 は受け皿 5 を下部で支持し受け皿 5 及びルツボ 2、4 を回転させながら昇降させる黒鉛製ルツボ回転軸である。石英ルツボ 2、黒鉛ルツボ 4 及び黒鉛製受け皿 5 はルツボ装置を構成する。ルツボ回転軸 6 は回転／昇降駆動装置（図示せず）により回転自在に制御される。そして、ルツボ回転軸 6 は、シリコン単結晶の引上げ軸方向を回転軸として受け皿 5、黒鉛ルツボ 4 及び石英ルツボ 2 を回転させ、また、上方移動させてシリコン融液 3 の融液面を一定の高さに維持するようになっている。また、黒鉛ルツボ 4 の外周にはヒータ 7 が配置されており、このヒータ 7 により黒鉛ルツボ 4 及び石英ルツボ 2 を介してシリコン融液 3 を加熱し、インゴット 8 を引き上げながらシリコン単結晶を作製する。

[0049] ここで注目すべきは、受け皿 5 とルツボ回転軸 6 との接合面に、低熱伝導部材 10 が介在されていることである。即ち、受け皿 5 の底部下面と、ルツボ回転軸 6 の鍔部 6 a 上面との間に低熱伝導部材 10 が介在されている。この低熱伝導部材 10 は略管状に形成されており、低熱伝導部材 10 の中央孔をルツボ回転軸 6 の凸部 6 b が挿通した状態で介在配置されている。これにより、受け皿 5 の底部下側に空隙部 11 が形成されている。

[0050] 低熱伝導部材 10 は 2 次元の炭素繊維強化炭素複合材から成る。炭素繊維強化炭素複合材としては、1 次元の炭素繊維強化炭素複合材、2 次元の炭素

繊維強化炭素複合材、3次元の炭素繊維強化炭素複合材のいずれを用いてもよい。但し、好ましくは1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材であり、より好ましくは、2次元の炭素繊維強化炭素複合材である。その理由は以下のとおりである。

[0051] 低熱伝導部材10の素材としては、十分な強度を有すること、熱伝導率が低いこと、低コストであること等を考慮する必要がある。

3次元の炭素繊維強化炭素複合材は垂直方向（本実施の形態においてはルツボ回転軸方向に相当）の熱伝導率が2次元の炭素繊維強化炭素複合材よりも高く、断熱効果が低い。加えて、価格が高い。従って、3次元の炭素繊維強化炭素複合材よりも2次元炭素繊維強化炭素複合材を用いるのが好ましい。一方、1次元の炭素繊維強化炭素複合材は、2次元の炭素繊維強化炭素複合材と同程度の断熱効果を有しており、価格についても2次元炭素繊維強化炭素複合材と同程度である。しかし、1次元の炭素繊維強化炭素複合材は環状に形成した場合に割れ易い。従って、低熱伝導部材10を円板形状のように場合には、低熱伝導部材10の素材としては1次元の炭素繊維強化炭素複合材を用いるようにしてもよいが、低熱伝導部材10を環状に形成する場合には2次元の炭素繊維強化炭素複合材を用いるのが好ましい。

[0052] 2次元の炭素繊維強化炭素複合材から成る低熱伝導部材10の厚みは、3～10mmである。厚くする方が熱伝導がより低くなるため、断熱効果は向上するが、実用的な範囲を考慮すれば、3～10mmの範囲内が好ましい。

[0053] 空隙部11の大きさは、2mm以上、好ましくは3mm以上、より好ましくは5mm以上である。但し、あまり大きくすると、ルツボの安定性が悪くなるので、50mm未満が好ましい。

[0054] 次いで、上記構成の単結晶引き上げ装置を使用した場合のシリコン単結晶の製造方法について説明する。

まず、多結晶シリコンを石英ルツボ2内に充填した後、ヒータ7を発熱させ、黒鉛ルツボ4を介して石英ルツボ2を加熱することにより、石英ルツボ2内の多結晶シリコンをシリコンの融点以上に熱して融解する。次いで、シ

ードチャックに取り付けられた種結晶を下降し、融解したシリコン融液 3 に浸漬させた後、シードチャックと黒鉛ルツボ 4 とを同方向又は逆方向に回転させつつ、シードチャックを引き上げて、シリコン結晶を成長させる。

[0055] ここで、黒鉛ルツボ 4 はヒータ 7 により加熱されているが、黒鉛ルツボ 4 の熱量は、黒鉛ルツボ 4 →受け皿 5 →ルツボ回転軸 6 に伝達され、ルツボ回転軸 6 の下部から炉外へと熱が逃げていくことになる。しかしながら、受け皿 5 底部下側には空隙部 11 が形成されていることにより、受け皿 5 底部からルツボ回転軸 6 への熱逃げが抑制される。そのため、受け皿 5 からルツボ回転軸 6 への熱逃げは、主として低熱伝導部材 10 を介することになる。ここで、低熱伝導部材 10 は 2 次元の炭素繊維強化炭素複合材から成り、黒鉛材の熱伝導率に比べて低いため、受け皿 5 からルツボ回転軸 6 への熱の伝達が抑制される。これにより、ルツボ回転軸 6 への熱逃げを遅延させることができ、ルツボの熱量ロスを防止できる。更に、黒鉛ルツボ 4 底部の熱の逃げが困難なことから、ルツボ 4, 2 底部の温度の均一性が良好となるので、ルツボ上側との温度差に起因したシリコン融液の対流を抑制することが可能となる。

[0056] (実施の形態 1-2)

図 3 は実施の形態 1-2 に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図である。本実施の形態 1-2 は、黒鉛ルツボ 4 底部下側に空隙部 11 A が形成されており且つ黒鉛ルツボ 4 と受け皿 5 との接合面に低熱伝導部材 10 A が介在されていることを特徴とする。上記実施の形態 1-1 が受け皿 5 とルツボ回転軸 6 との間の断熱構造を特徴としたのに対して、本実施の形態 1-2 は黒鉛ルツボ 4 と受け皿 5 との間の断熱構造を特徴としたものである。以下、本実施の形態 1-2 の具体的な構造について説明する。本実施の形態では、黒鉛ルツボと受け皿 5 との接合面に、略管状の低熱伝導部材 10 A が介在されていることである。即ち、黒鉛ルツボ 4 底部外側寄りの面と、受け皿 5 上面との間に、低熱伝導部材 10 A が介在されている。この低熱伝導部材 10 A の中央孔は受け皿 5 の凹部 5 a に略対応した大きさであり、黒鉛ルツ

ボ4底部が該中央孔に嵌り込んで、凹部5aの底面に臨む状態で配置されている。これにより、黒鉛ルツボ4の底部下側に空隙部11Aが形成されている。

[0057] ここで、黒鉛ルツボ4の底部とは、本願明細書においては以下の意味に用いるものとする。即ち、図3に示すように、黒鉛ルツボ4の最底部からルツボ上端までの長さを L_1 とすると、黒鉛ルツボ4の最底部から外周側における底部からの鉛直方向の長さが $1/3 L_1$ となる領域Mを意味する。

[0058] 本実施の形態では、黒鉛ルツボ4と受け皿5とは直接接触する部位がない構成であるため、黒鉛ルツボ4の熱が、受け皿5に伝熱され難くなり、ルツボ回転軸6への熱逃げを遅延させることができ、黒鉛ルツボ4の熱量ロスを防止できる。更に、黒鉛ルツボ4底部の熱の逃げが困難なことから、ルツボ4, 2の底部の温度の均一性が良好となるので、ルツボ上側との温度差に起因したシリコン融液の対流を抑制することが可能となる。

[0059] (実施の形態1-3)

図4は実施の形態1-3に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図である。本実施の形態3は、受け皿5とルツボ回転軸6との間の断熱構造と、黒鉛ルツボ4と受け皿5との間の断熱構造の両者を備えたことを特徴とする。換言すれば、本実施の形態1-3は、上記実施の形態1-1と上記実施の形態1-2とを組み合わせた構造を有するものである。

[0060] 以下、本実施の形態1-3の具体的な構造について説明すると、黒鉛ルツボ4と受け皿5との接合面に、略管状の低熱伝導部材10Aが介在されており、これにより、黒鉛ルツボ4の底部下側に空隙部11Aが形成されている。また、受け皿5とルツボ回転軸6の接合面に、略管状の低熱伝導部材10が介在されており、これにより、受け皿5の底部下側に空隙部11が形成されている。このような構造により、受け皿5とルツボ回転軸6との間の断熱効果、及び、黒鉛ルツボ4と受け皿5との間の断熱効果が達成されるため、よりルツボの熱量ロスを防止できる。

[0061] (その他の事項)

(1) 上記実施の形態 1-1~1-3 では、シリコン融液を収納する石英ルツボと該石英ルツボを保持する黒鉛ルツボとを備えたシリコン単結晶引き上げ装置について説明したが、石英ルツボがなく、ゲルマニウム融液等を直接黒鉛ルツボに収納する単結晶引き上げ装置にも本発明は適用することができる。

[0062] (2) 上記実施の形態 1-1~1-3 では、環状の低熱伝導部材は一体形成されたものであったが、複数の部材の組み合わせにより環状となる構成のものであってもよい。また、周方向に間隔をあけた複数の部材により構成するようにしてもよい。但し、上記実施の形態 1~3 のような一体形成された環状の低熱伝導部材の方が、好ましい。なぜなら、部材が 1 つでよく、取り扱いが容易となるからである。

[0063] (3) 低熱伝導部材は環状に形成されたけれども、円板形状であってもよい。但し、環状形状の場合の方が好ましい。環状形状であれば、黒鉛ルツボ底部の下側や受け皿底部の下側に確実に空隙部を形成することができ、且つ、ルツボを安定よく固定、支持することが可能だからである。

[0064] (4) 2次元の炭素繊維強化炭素複合材から成る低熱伝導部材に代えて、膨張黒鉛シート又は断熱材を用いることも考えられる。しかし、膨張黒鉛シート又は断熱材は強度が不足するため、適切でない。

[0065] (5) 受け皿自体を炭素繊維強化炭素複合材で形成すれば、本発明と同様の断熱効果が得られると思われるが、受け皿とするほどの厚い 2次元の炭素繊維強化炭素複合材はない。また、市販の 2次元の炭素繊維強化炭素複合材を積層させて製造するとすれば、非常に高価になってしまい、価格面から非現実的である。さらに、仮に製造可能としても、黒鉛ルツボとの組み合わせでは、熱伝導率の違いが大きく、干渉して割れ易いという問題がある。このような問題は、ルツボ回転軸を炭素繊維強化炭素複合材で形成する場合にも当てはまる。一方、本発明ではこのような問題はない。

[0066] [実施の形態 2]

図 5 は本実施の形態 2 に係るシリコン単結晶引き上げ装置の要部断面図、

図6は図5の一部を拡大した断面図である。単結晶引き上げ装置21は、単結晶引き上げ用容器としてのCZ炉（チャンバ）22を備えている。CZ炉22内には、ルツボ装置23が設けられている。ルツボ装置23は、多結晶シリコンの原料を溶融して融液24として収容する石英ルツボ25と、石英ルツボ25を下部で保持する黒鉛製受け皿26とで構成されている。このように、本実施の形態に係るルツボ装置23では、従来例のルツボ装置に備えられる黒鉛ルツボに代えて、黒鉛製受け皿26が用いられている。このように黒鉛ルツボを使用しないルツボ装置23を用いることにより、従来から問題とされてきた黒鉛ルツボに関する酸化消耗による肉厚低減と珪化（SiC化）による問題を回避することが可能となる。なお、この点に関しては、後に詳細に説明する。

[0067] また、ルツボ装置23の下側には、ルツボ回転軸27が設けられている。ルツボ回転軸27は、受け皿26を下部で支持し受け皿26及び石英ルツボ25を回転させながら昇降させる。ルツボ回転軸27は回転／昇降駆動装置（図示せず）により回転自在に制御される。そして、ルツボ回転軸27は、シリコン単結晶の引上げ軸方向を回転軸として受け皿26及び石英ルツボ25を回転させ、また、上方移動させてシリコン融液24の融液面を一定の高さに維持するようになっている。

[0068] ルツボ装置23の外周側には、加熱装置30が設けられている。加熱装置30は、ルツボ装置の外周を囲むようにして配置される円筒状の黒鉛製ヒータ31と、ルツボ装置23とヒータ31との間に介在されルツボ装置23の外周を囲むようにして配置される円筒状の黒鉛製介在部材32と、熱遮蔽部材33とを備えている。介在部材32は、等方性黒鉛材又は炭素繊維強化炭素材（C/C材）であって、石英ルツボ25と微小隙間Mをあけて配置されている。微小隙間Mの大きさは、22インチサイズの石英ルツボ25を使用する場合には1～3mm程度である。このように規制するのは、狭すぎると石英ルツボ25の僅かな変形で接触する恐れがあり、広すぎるとヒータ31からの伝熱不足が起こるおそれがあることによる。なお、介在部材32は石

英ルツボ 25 を補助的に保持する働きもなす。つまり、何らかのトラブルにより石英ルツボ 25 が微小隙間 M を越えて変形したような場合、介在部材 32 により石英ルツボ 25 は保持されるので、石英ルツボ 25 は安定性が常に維持されるようになっている。

[0069] 次いで、上記の受け皿 26 及び介在部材 32 のそれぞれの構造及び作用を詳述する。

石英ルツボ 25 は、略コップ状であって、底部 25 a と、直胴部 25 c と、底部 25 a から直胴部 25 c に連なる曲面状部分（R 部分） 25 b とからなる。受け皿 26 は、底部 25 a を保持する第 1 受け皿部 26 a と、曲面状部分 25 b を保持する第 2 受け皿部 26 b とから構成されている。このように、受け皿 26 によって石英ルツボ 25 の曲面状部分 25 b が保持されているので、ヒータ 31 で加熱された場合に、石英ルツボ 25 の軟化による変形が抑えられて介在部材 32 との接触の恐れが軽減される。

また、受け皿 26 の第 2 受け皿部 26 b 外周面は、石英ルツボ 25 の直胴部 25 c 外周面と略面一となっている。これにより、微小隙間 M が形成し易くなる。

[0070] 上記構成の受け皿 26 及び介在部材 32 を設けることにより、黒鉛ルツボに関する酸化消耗による肉厚低減と珪化（SiC 化）による問題を回避することが可能となる。即ち、受け皿 26 は、従来例の黒鉛ルツボと比較すれば、黒鉛ルツボの直胴部を無くし、底部のみで構成した構造と看做することもできる。そして、従来例の黒鉛ルツボの種々の問題は、主として黒鉛ルツボの直胴部の存在に起因していたものであり、従って、黒鉛ルツボの直胴部を無くし底部のみで構成したと看做することができる受け皿 26 を使用した本実施の形態のルツボ装置 23 では、黒鉛ルツボに関する酸化消耗による肉厚低減と珪化（SiC 化）による問題を回避することが可能となる。つまり、石英ルツボ 25 は周囲の黒鉛部品と接触していないので、酸化消耗による肉厚低減と珪化（SiC 化）による問題を回避することが可能となる。

[0071] 加えて、介在部材 32 は円筒状でスリットがないので、ヒータ 31 の発熱

バラツキを介在部材 3 2 が緩和してから、石英ルツボ 2 5 を輻射熱で加熱するので、石英ルツボ 2 5 は均一に加熱されることになる。そのため、金属結晶の品質の安定性が保持される。なお、参考まで述べると。従来例の黒鉛ルツボは、一般的に 2 分割又は 3 分割された構造であるため、分割部にスリットがあり、このスリットに起因して石英ルツボが均一に加熱されず、金属結晶の品質の安定性を阻害するという問題があった。本実施の形態では、介在部材 3 2 を使用することにより、このような問題は解消されることになる。

[0072] また、黒鉛ルツボに代えて黒鉛製受け皿 2 6 を用いることにより、製造が容易でコストの低減を図ることができる。具体的に説明すると、従来例の黒鉛ルツボは、黒鉛ブロックを有底円筒状に削り抜き加工を行い、さらに内部を仕上げ加工して製造していた。そのため、製造に手間がかかっていた。これに対して、黒鉛製受け皿 2 6 の場合は、直胴部のない皿状であるので、加工が簡単であり、製造に手間がかからないというメリットがある。加えて、直胴部がないので、材料コストを低減できるというメリットもある。

[0073] なお、C Z 炉 2 2 内は、C Z 炉 2 2 内と外気を遮断することで真空中に維持されている。即ち、C Z 炉 2 2 内には不活性ガスとしてのアルゴンガスが供給され、C Z 炉 2 2 内の排気口 4 3 からポンプによって排気されるようになっている。これにより、C Z 炉 2 2 内は所定圧力に減圧される。また、単結晶引き上げのプロセス（1 バッチ）の間で、C Z 炉 2 2 内には種々の蒸発物が発生する。そこで、C Z 炉 2 2 内にアルゴンガスを供給して C Z 炉 2 2 外に蒸発物とともに排気して C Z 炉 2 2 内から蒸発物を除去しクリーンにしている。

[0074] また、石英ルツボ 2 5 の上方には、略逆円錐台形状の熱遮蔽部材 4 0 が設けられている。熱遮蔽部材 4 0 は、C Z 炉 2 2 内に上方より供給されるキャリアガスとしてのアルゴンガスを、融液 2 4 表面の中央に導き、さらに融液 2 4 表面を通過させて融液 2 4 表面の周縁部に導く。そして、アルゴンガスは、融液から蒸発した S i O 等のガスとともに、経路 4 1、経路 4 2 を流れて C Z 炉 2 2 の下部に設けた排気口 4 3 から排出される。このような構成に

より、SiOガスはホットゾーン内でヒータ31の上端よりも高い位置まで吸引された後、ホットゾーンの外側を通して排気口43に向かって流れるので、図10に示す従来例のように黒鉛ルツボとヒータ、ヒータと熱遮蔽部材との間をガスが通らず、SiOガスと黒鉛部材との反応が抑制され、各黒鉛部材（ヒータ31、熱遮蔽部材33等）の使用寿命が延びるというメリットがある。

[0075] 次いで、上記構成の単結晶引き上げ装置を使用した場合のシリコン単結晶の製造方法について説明する。まず、多結晶シリコンを石英ルツボ5内に充填した後、ヒータ30を発熱させ、介在部材32を介して石英ルツボ25を加熱することにより、石英ルツボ25内の多結晶シリコンをシリコンの融点以上に熱して融解する。次いで、シードチャック45に取り付けられた種結晶を下降し、融解したシリコン融液24に浸漬させた後、シードチャック45とルツボ装置23とを同方向又は逆方向に回転させつつ、シードチャック45を引き上げて、シリコン単結晶を作製する。

[0076] [実施の形態3]

(実施の形態3-1)

本実施の形態3-1は、上記実施の形態2と上記実施の形態1-1とを組み合わせたものである。具体的には、図7に示すように、受け皿26とルツボ回転軸27との接合面に、低熱伝導部材10が介在されていることである。即ち、受け皿26の底部下面と、ルツボ回転軸27の鰐部27a上面との間に低熱伝導部材10が介在されている。この低熱伝導部材10は略管状に形成されており、低熱伝導部材10の中央孔をルツボ回転軸27の凸部27bが挿通した状態で介在配置されている。これにより、受け皿26の底部下側に空隙部11が形成されている。上記構成であれば、上記実施の形態1-1と同様に、空隙部11の存在により、受け皿26底部からルツボ回転軸27への熱逃げが抑制され、更に、低熱伝導部材10の存在により、受け皿26からルツボ回転軸27への熱の伝達が抑制される。

[0077] (実施の形態3-2)

本実施の形態 3-2 は、上記実施の形態 2 と上記実施の形態 1-2 とを組み合わせたものである。具体的には、図 8 に示すように、石英ルツボ 25 底部下側に空隙部 11A が形成されており且つ石英ルツボ 25 と受け皿 26 との接合面に低熱伝導部材 10A が介在されている。上記構成であれば、上記実施の形態 1-2 と同様に、石英ルツボ 25 と受け皿 26 とは直接接触する部位がない構成であるため、石英ルツボ 25 の熱が、受け皿 26 に伝熱され難くなり、ルツボ回転軸 27 への熱逃げを遅延させることができ、石英ルツボ 25 の熱量ロスを防止できる。更に、石英ルツボ 25 底部の熱の逃げが困難なことから、石英ルツボ 25 の底部の温度の均一性が良好となるので、ルツボ上側との温度差に起因したシリコン融液の対流を抑制することが可能となる。

[0078] (実施の形態 3-3)

本実施の形態 3-3 は、上記実施の形態 2 と上記実施の形態 1-3 とを組み合わせたものである。即ち、本実施の形態 3-3 は、受け皿 26 とルツボ回転軸 27 との間の断熱構造と、石英ルツボ 25 と受け皿 26 との間の断熱構造の両者を備えたことを特徴とする。具体的には、図 9 に示すように、石英ルツボ 25 と受け皿 26 との接合面に、略管状の低熱伝導部材 10A が介在されており、これにより、石英ルツボ 25 の底部下側に空隙部 11A が形成されている。また、受け皿 26 とルツボ回転軸 27 の接合面に、略管状の低熱伝導部材 10A が介在されており、これにより、受け皿 26 の底部下側に空隙部 11 が形成されている。このような構造により、受け皿 26 とルツボ回転軸 27 との間の断熱効果、及び、石英ルツボ 25 と受け皿 26 との間の断熱効果が達成されるため、よりルツボの熱量ロスを防止できる。

産業上の利用可能性

[0079] 本発明は、シリコン等の単結晶引上げ装置に適用される。

符号の説明

- [0080] 1：単結晶引上げ装置
- 2：石英ルツボ

- 3 : シリコン融液
- 4 : 黒鉛ルツボ
- 5 : 受け皿
- 6 : ルツボ回転軸
- 10, 10A : 低熱伝導部材
- 11, 11A : 空隙部
 - 21 : 単結晶引き上げ装置
 - 22 : CZ炉
 - 23 : ルツボ装置
 - 25 : 石英ルツボ
 - 25a : 石英ルツボの底部
 - 25b : 石英ルツボの曲面状部分 (R部)
 - 25c : 石英ルツボの直胴部
 - 26 : 黒鉛製受け皿
 - 26a : 第1受け皿部
 - 26b : 第2受け皿部
 - 27 : ルツボ回転軸
- 30 : 加熱装置
- 31 : ヒータ
- 32 : 介在部材
- M : 微小隙間

請求の範囲

- [請求項1] ルツボと該ルツボを下部で固定保持するための受け皿とで構成されるルツボ装置と、該受け皿を下部で支持し受け皿及びルツボを回転させながら昇降させるルツボ回転軸とを備えた単結晶引き上げ装置であって、
- 前記ルツボと前記受け皿との間、及び、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との間の少なくとも一方に、空隙部が形成されていることを特徴とする単結晶引き上げ装置。
- [請求項2] 前記ルツボと前記受け皿との間に形成される空隙部は、ルツボ底部の下に位置している請求項1記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項3] 前記受け皿と前記ルツボ回転軸との間に形成される空隙部は、受け皿底部の下に位置している請求項1記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項4] 前記ルツボと前記受け皿との接合面、及び、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との接合面の少なくとも一方に、主面に対して垂直方向の熱伝導が低い低熱伝導性部材が介在している請求項1記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項5] 前記低熱伝導性部材は1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材から成る請求項4記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項6] 前記炭素繊維強化炭素複合材は、略環状に形成されている請求項5記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項7] 請求項1に記載の単結晶引き上げ装置に用いられる低熱伝導性部材であって、前記ルツボと前記受け皿との接合面、及び、前記受け皿と前記ルツボ回転軸との接合面の少なくとも一方に介在され、ルツボからルツボ回転軸への熱の伝導を抑制するために用いられることを特徴とする低熱伝導性部材。
- [請求項8] 請求項7に記載の低熱伝導性部材であって、1次元の炭素繊維強化炭素複合材又は2次元の炭素繊維強化炭素複合材から成る低熱伝導性

部材。

- [請求項9] 請求項8に記載の低熱伝導性部材であって、略環状に形成されている低熱伝導性部材。
- [請求項10] 前記ルツボ装置は、直胴部と底部と該底部から該直胴部に連なる曲面状部分とからなる石英ルツボと、該石英ルツボを下部で保持する黒鉛製の受け皿とから構成されている請求項1記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項11] 前記受け皿は、少なくとも前記石英ルツボの底部を保持する請求項10記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項12] 前記受け皿は、前記石英ルツボの底部及び曲面状部分を保持する請求項11記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項13] 前記受け皿の外周面と、前記石英ルツボの直胴部外周面とは、略面一となっている請求項12記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項14] 更に、前記ルツボ装置を加熱するためのルツボ装置用加熱装置を備え、
このルツボ装置用加熱装置は、
前記ルツボ装置の外周を囲むようにして配置されるヒータと、
前記ルツボ装置と前記ヒータとの間に介在され、ルツボ装置の外周を囲むようにして配置される円筒状の炭素質材から成る介在部材と、
を備えている請求項10記載の単結晶引き上げ装置。
- [請求項15] 前記介在部材は、前記石英ルツボと微小隙間をあけて配置されている請求項14記載の単結晶引き上げ装置。