

明 細 書

発明の名称：石英ガラスるつぼ

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。）により単結晶シリコンインゴットを育成するための石英ガラスるつぼに関する。

背景技術

[0002] 単結晶の製造方法として、CZ法が知られている。特に、半導体電子部品の材料となる単結晶シリコンの多くは、CZ法が、広く工業的に採用されている。CZ法は、石英ガラスるつぼ内に充填した多結晶シリコン等をヒータで溶解した後、このシリコンメルトの表面に種結晶を浸し、シリコンメルトに浸した種結晶と石英ガラスるつぼを回転させつつ種結晶を上方に引き上げることによって種結晶と同一の結晶方位をもつ単結晶を育成する方法である。

[0003] 図4は、上述のCZ法により単結晶を引き上げる際に用いられる引上げ装置を模式的に示した概念図である。図4に示すように、単結晶引上げ装置10は、引上げ室12と、引上げ室12中に設けられたるつぼ13と、るつぼ13の周囲に配置されたヒータ14と、るつぼ13を回転・昇降させるるつぼ保持軸15及びその回転・昇降機構（図示せず）と、シリコンの種結晶16を保持するシードチャック17と、シードチャック17を引き上げるワイヤ18と、ワイヤ18を回転又は巻き取る巻取り機構（図示せず）を備えて構成されている。また、ヒータ14の外側周囲には断熱材19が配置されている。単結晶シリコン20は、原料のシリコンメルト11からワイヤ18によって引き上げられる。

[0004] 単結晶引上げ装置10内に配置されるるつぼ13は、原料融液を収容する有底筒状の石英ガラスるつぼと、石英ガラスるつぼを内部に収容する有底筒状の黒鉛るつぼ（「カーボンサセプター」と呼ばれることもある）から構成される（例えば、特許文献1，2等）。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2012-17245号公報

特許文献2：特開2013-139356号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 石英ガラスるつぼは、黒鉛るつぼの内部に収容可能な寸法で作製されるが、それぞれの作製誤差等により、石英ガラスるつぼの外面と黒鉛るつぼの内面とが完全に接触するように作製することは困難である。本発明者が鋭意調査を行ったところ、石英ガラスるつぼの外面は黒鉛るつぼの内面の形状に沿うように、凸状の曲面形状とされているが、石英ガラスるつぼの外面と黒鉛るつぼの内面の形状の製造誤差等の個体差によっては、図5に示すように、石英ガラスるつぼ13Aを黒鉛るつぼ13Bの内部に設置したときに、石英ガラスるつぼ13Aの外面の底部と黒鉛るつぼ13Bの内面とが点接触し、石英ガラスるつぼ13Aが不安定となることがわかった。石英ガラスるつぼ13Aが黒鉛るつぼ13B内で揺れると、石英ガラスるつぼ13Aを黒鉛るつぼ13Bの内部で破損する恐れがある。また、単結晶製造時には、シリコンメルトが揺れ、単結晶シリコンの引上げが困難となる湯面振動を引き起こすだけでなく、単結晶シリコンの引上げ時に石英ガラスるつぼ13Aが偏心状態となり、シリコンインゴットへの均一な熱供給が不可能となるため、シリコンインゴットの品質劣化にも繋がる。

[0007] 上記のような問題に対し、石英ガラスるつぼ13Aと黒鉛るつぼ13Bの相性の良いものを選択して組み合わせることで、安定性の良いるつぼ13とすることが考えられる。しかしながら、相性の良い石英ガラスるつぼ13Aと黒鉛るつぼ13Bの組合せを試行錯誤的に探すほかないため、非常に効率が悪いばかりでなく、必ずしも好ましい組合せが得られるわけではなかった。

[0008] 本発明は、上記問題を解決するためになされたものであり、CZ法により単結晶シリコンインゴットを育成するための有底筒状の石英ガラスるつぼが有底筒状の黒鉛るつぼの内部に配置されたときに、安定して自立できる石英ガラスるつぼ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

[0009] 本発明は、上記目的を達成するためになされたものであり、CZ法により単結晶シリコンインゴットを育成するための石英ガラスるつぼであって、前記石英ガラスるつぼは、円筒状の直胴部と、該直胴部の下端に連続し第一の曲率 R_1 を有する第1の湾曲部と、該第1の湾曲部に連続し第二の曲率 R_2 を有する第2の湾曲部と、該第2の湾曲部に連続する底部を有する有底筒状のものであり、前記第一の曲率 R_1 と前記第二の曲率 R_2 は $R_1 < R_2$ の関係にあり、前記底部の外面が、前記石英ガラスるつぼの中心軸に直交する平坦面、又は、前記平坦面から凹んだ凹状面をなすものである石英ガラスるつぼを提供する。

[0010] このような石英ガラスるつぼによれば、石英ガラスるつぼが黒鉛るつぼの内部に配置されたときに、石英ガラスるつぼや黒鉛るつぼの個体差に依存することなく、安定して自立できるものとなる。また、本発明の石英ガラスるつぼであれば、通常の保管時においても、黒鉛るつぼに配置するときと同じ状態で、石英ガラスるつぼの底部を下にしたまま安定して保管することができるため、作業効率や安全性も向上可能なものである。さらに、CZ法による単結晶シリコンインゴット育成時の、シリコンメルトの対流状態の変化や乱れを抑制可能なものである。

[0011] このとき、前記第一の曲率 R_1 は $120\text{ mm} \leq R_1 \leq 240\text{ mm}$ であり、前記第二の曲率 R_2 は $750\text{ mm} \leq R_2 \leq 880\text{ mm}$ である石英ガラスるつぼとすることができる。

[0012] これにより、シリコンメルトの対流状態の変化や乱れをより抑制できるものとなる。

[0013] このとき、前記石英ガラスるつぼの中心軸を含む断面から見た前記底部の

幅が60mm以上である石英ガラスるつぼとすることができる。

[0014] これにより、石英ガラスるつぼの底部の外表面と黒鉛るつぼの底部の内表面との点接触を、より安定して抑制できるものとなる。

発明の効果

[0015] 以上のように、本発明の石英ガラスるつぼによれば、石英ガラスるつぼが黒鉛るつぼの内部に配置されたときに、石英ガラスるつぼや黒鉛るつぼの個体差に依存することなく、安定して自立できるものとなる。また、黒鉛るつぼに配置するときと同じ状態で、石英ガラスるつぼの底部を下にしたまま安定して保管することができるため、作業効率や安全性も向上可能なものとなる。さらに、CZ法による単結晶シリコンインゴット育成時の、シリコンメルトの対流状態の変化や乱れを抑制可能なものとなる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]本発明に係る石英ガラスるつぼの一例を示す。

[図2]本発明に係る石英ガラスるつぼを黒鉛るつぼ内に設置したときの状態を示す。

[図3]本発明に係る石英ガラスるつぼの他の例を示す。

[図4]引上げ装置を模式的に示した概念図を示す。

[図5]石英ガラスるつぼを黒鉛るつぼ内に設置したときの状態を示す（従来例）。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0018] 上述のように、CZ法により単結晶シリコンインゴットを育成するための有底筒状の石英ガラスるつぼが有底筒状の黒鉛るつぼの内部に配置されたときに、安定して自立できる石英ガラスるつぼが求められていた。

[0019] 本発明者らは、上記課題について鋭意検討を重ねた結果、CZ法により単結晶シリコンインゴットを育成するための石英ガラスるつぼであって、前記石英ガラスるつぼは、円筒状の直胴部と、該直胴部の下端に連続し第一の曲

率 R_1 を有する第1の湾曲部と、該第1の湾曲部に連続し第二の曲率 R_2 を有する第2の湾曲部と、該第2の湾曲部に連続する底部を有する有底筒状のものであり、前記第一の曲率 R_1 と前記第二の曲率 R_2 は $R_1 < R_2$ の關係にあり、前記底部の外面が、前記石英ガラスるつぼの中心軸に直交する平坦面、又は、前記平坦面から凹んだ凹状面をなすものである石英ガラスるつぼにより、石英ガラスるつぼが黒鉛るつぼの内部に配置されたときに、石英ガラスるつぼや黒鉛るつぼの個体差に依存することなく、安定して自立できるものとなり、また、通常の保管時においても作業効率や安全性も向上可能なものであり、さらに、CZ法による単結晶シリコンインゴット育成時の、シリコンメルトの対流状態の変化や乱れを抑制可能なものとなることを見出し、本発明を完成した。

[0020] 以下、図面を参照して説明する。

[0021] まず、CZ法により単結晶シリコンインゴットを育成するためのるつぼにおいて、有底筒状の石英ガラスるつぼが有底筒状の黒鉛るつぼの内部に配置されたときに、安定して自立できる石英ガラスるつぼについて、本発明者が検討を行ったところ、石英ガラスるつぼを製造するときの底部の外面形状の製造誤差等の個体差により、石英ガラスるつぼの底部の外面と黒鉛るつぼの底部の内面とが点接触するために、石英ガラスるつぼが不安定となることがわかった。そして、石英ガラスるつぼの底部の外面の形状が、石英ガラスるつぼの中心軸に直交する平坦面（以下、単に「平坦面」という）、又は、この平坦面から凹んだ凹状面（以下、単に「凹状面」という）をなすものとなれば、点接触を抑制でき、その結果、石英ガラスるつぼが黒鉛るつぼ内部で安定して載置されることを見出した。

[0022] ところが、単に、従来の石英ガラスるつぼの底部の外面の形状を平坦面又は凹状面とただけでは、石英ガラスるつぼの底部の厚さが薄くなることで、強度が低下したり、単結晶シリコン育成時のるつぼにおける伝熱バランスが変化しシリコンメルトの対流状態に影響を及ぼしたりする恐れがある。一方、石英ガラスるつぼの底部の厚さを確保しようとする、石英ガラスるつ

ぼの内面形状を変更する必要があるが生じるが、石英ガラスるつぼの内面形状を変更すると、シリコンメルトの対流状態に影響を及ぼすことがわかった。そこで、石英ガラスるつぼの形状を、円筒状の直胴部の下端に連続し第一の曲率 R_1 を有する第1の湾曲部と、該第1の湾曲部に連続し第二の曲率 R_2 を有する第2の湾曲部と、該第2の湾曲部に連続する底部を有する有底筒状のものであって、 $R_1 < R_2$ の関係を満たすものとする事で、底部の外面の形状を平坦面又は凹状面としつつ、シリコンメルトの対流状態にも影響を及ぼさない石英ガラスるつぼとなることを見出し、本発明を完成した。

[0023] (第1の実施形態)

図1に、本発明に係る石英ガラスるつぼの一例を示す。この石英ガラスるつぼ1Aは、円筒状の直胴部2と、該直胴部2の下端に連続し第一の曲率 R_1 を有する第1の湾曲部3と、該第1の湾曲部3に連続し第二の曲率 R_2 を有する第2の湾曲部4と、該第2の湾曲部4に連続する底部5を有する有底筒状のものであり、 $R_1 < R_2$ の関係を満たしている。そして底部5の外形状は、石英ガラスるつぼの中心軸6に直交する平坦面5Aとされている。

[0024] 図2に、本発明に係る石英ガラスるつぼ1Aを黒鉛るつぼ内に設置したときの状態を示す。図1に示すように、石英ガラスるつぼ1Aは底部5が石英ガラスるつぼの中心軸6に直交する平坦面5Aとされているため、図2に示すように、石英ガラスるつぼ1Aの底部の外縁と黒鉛るつぼ13Bの底部の内面とが点接触することが回避され、石英ガラスるつぼ1Aが黒鉛るつぼ13Bの内部に配置されたときに、安定して自立できるものとなる。なお、図2に示すように、石英ガラスるつぼ1Aと黒鉛るつぼ13Bとの間には隙間が形成されるが、石英ガラスるつぼ1Aの底部の外縁と黒鉛るつぼ13Bの内面とが面接触状態となっているため、ガタツキ等の問題は起こらない。

[0025] しかも、この石英ガラスるつぼ1Aは、円筒状の直胴部2の下端に連続し第一の曲率 R_1 を有する第1の湾曲部3と、該第1の湾曲部3に連続し第二の曲率 R_2 を有する第2の湾曲部4とを有し、 $R_1 < R_2$ の関係を満たすように構成されているため、平坦面5Aを形成する場合であっても、石英ガラ

スるつぼの内面の形状にほとんど影響を与えない。したがって、CZ法による単結晶シリコンインゴットの育成時の、シリコンメルトの対流状態にもほとんど影響を及ぼさない。

[0026] また、従来は石英ガラスるつぼを保管するときに、石英ガラスるつぼの底部を安定して支持する治具を使用したり、石英ガラスるつぼの底部を上、開口部を下にしたりしていた。しかしながら、特に大直径の単結晶シリコンインゴットを育成するための石英ガラスるつぼは大型のものであるため、石英ガラスるつぼの上下を反転させることは、多大な労力を要し、落下等の危険も伴う。一方、本発明の石英ガラスるつぼであれば、通常の保管時においても、特別な治具等を使用することなく、黒鉛るつぼに配置するときと同じ状態で、石英ガラスるつぼの底部を下にしたまま安定して保管することができるため、作業効率や安全性も向上可能なものである。

[0027] なお、第一の曲率 R_1 及び第二の曲率 R_2 は特に限定されないが、 $120\text{ mm} \leq R_1 \leq 240\text{ mm}$ 、 $750\text{ mm} \leq R_2 \leq 880\text{ mm}$ とすることが好ましい。このようなものであれば、より安定して、シリコンメルトの対流状態の変化や乱れを抑制可能なものとなる。

[0028] 石英ガラスるつぼ1Aの口径は特に限定されないが、本発明は、特に大口径のものとすることが好ましい。例えば、32インチ（約800mm）以上のものとすることができる。

[0029] 底部5の大きさは、石英ガラスるつぼ1Aの中心軸6を含む断面から見た幅W（以下、「底部断面幅W」ともいう）として、60mm以上とすることが好ましい。このような範囲とすれば、石英ガラスるつぼの底部の外表面と黒鉛るつぼの底部の内表面との点接触を、より安定して抑制可能なものとなる。

[0030] なお、石英ガラスるつぼを設置するための黒鉛るつぼは、内面が、円筒内周面状の直胴部と、直胴部の下端に連続し、第一の曲率 R_3 を有する第1の湾曲部と、第1の湾曲部に連続し第二の曲率 R_4 を有する第2の湾曲部を有する有底筒状のものとし、石英ガラスるつぼと黒鉛るつぼの関係において、石英ガラスるつぼの第一の曲率 R_1 が、 $R_1 = R_3 \pm 50\text{ mm}$ 、石英ガラス

るつぼの第二の曲率 R_2 が、 $R_2 = R_4 \pm 50 \text{ mm}$ を満たすものであることが好ましい。このような関係を満たす石英ガラスるつぼと黒鉛るつぼの組合せであれば、シリコンメルトの対流状態の変化や乱れをより抑制できるものとなる。

[0031] (第2の実施形態)

図3に、本発明に係る石英ガラスるつぼの他の例を示す。なお、図1と同等の構成については、説明を適宜省略する。本実施形態に係る石英ガラスるつぼ1Bは、底部5の外面の形状が、石英ガラスるつぼの中心軸6に直交する平坦面から凹んだ凹状面5Bとされているものである。このような形状としても、第1の実施形態と同様の効果を奏することができる。なお、凹状面5Bは、石英ガラスるつぼ1Bの中心軸6に直交する平坦面から凹んだ形状であれば特に限定されないが、中心軸6に対称な形状、言い換えると、石英ガラスるつぼ1Bを底部外面側から中心軸6方向に見たときに、凹部の縁が中心軸を中心とした円形となるような構造とすることが、最も安定する点で好ましい。

実施例

[0032] 以下、実施例を挙げて本発明について詳細に説明するが、これは本発明を限定するものではない。

[0033] 下記に示すように、それぞれ、直胴部以外の形状が異なる口径32インチ(約800mm)の石英ガラスるつぼを、黒鉛るつぼ内に載置して評価を行った。評価は、まず、石英ガラスるつぼを黒鉛るつぼの内部に設置したときのガタツキの有無を調査した。ガタツキの有無の評価は、水平な台に石英ガラスるつぼを置き、台から30cmの高さの位置で、石英ガラスるつぼに真横からフォースゲージを用いて200mm²の範囲を8Nの力をかけて押したとき、石英ガラスるつぼの押された側が持ち上げられて10°以上傾いた場合に、ガタツキが有る(×)と判定した。なおこのとき、地面に対する垂直方向を0°とし、力をかける前から傾いている場合は、その角度も加算することとした。

[0034] その後、CZ法により単結晶シリコンインゴットの育成を行った。単結晶シリコンインゴットの育成時のシリコンメルトの対流の変化や乱れの評価は、育成した単結晶シリコンインゴットの転位発生の有無により評価した。このとき、石英ガラスるつぼを設置するための黒鉛るつぼは、内面が、円筒内周面状の直胴部と、直胴部の下端に連続し、第一の曲率 $R_3 = 180\text{ mm}$ を有する第1の湾曲部と、第1の湾曲部に連続し第二の曲率 $R_4 = 815\text{ mm}$ を有する第2の湾曲部を有するものである。

[0035] (比較例1)

円筒状の直胴部、第一の曲率 $R_1 = 180\text{ mm}$ の第1の湾曲部、第二の曲率 $R_2 = 815\text{ mm}$ の第2の湾曲部からなる石英ガラスるつぼを用いた。この場合、比較例1に係る石英ガラスるつぼの底部の外面の形状は凸状面である。

[0036] (比較例2)

円筒状の直胴部、第一の曲率 $R_1 = 180\text{ mm}$ の第1の湾曲部、断面底部幅 W が 570 mm の平坦面を有する石英ガラスるつぼを用いた。

[0037] (実施例1)

円筒状の直胴部、第一の曲率 $R_1 = 180\text{ mm}$ の第1の湾曲部、第二の曲率 $R_2 = 815\text{ mm}$ の第2の湾曲部、断面底部幅 W が 60 mm の凹状面とされた底部を有する石英ガラスるつぼを用いた。

[0038] (実施例2)

断面底部幅 W を 50 mm としたこと以外は、実施例1と同様の石英ガラスるつぼを用いた。

[0039] (実施例3)

円筒状の直胴部、第一の曲率 $R_1 = 130\text{ mm}$ の第1の湾曲部、第二の曲率 $R_2 = 765\text{ mm}$ の第2の湾曲部、断面底部幅 W が 255 mm の平坦面とされた底部を有する石英ガラスるつぼを用いた。

[0040] (実施例4)

第一の曲率 $R_1 = 230\text{ mm}$ 、第二の曲率 $R_2 = 865\text{ mm}$ 、断面底部幅

Wを140mmとしたこと以外は、実施例3と同様の石英ガラスるつぼを用いた。

[0041] (実施例5)

第一の曲率 $R_1 = 110\text{ mm}$ 、第二の曲率 $R_2 = 815\text{ mm}$ 、断面底部幅Wを140mmとしたこと以外は、実施例4と同様の石英ガラスるつぼを用いた。

[0042] (実施例6)

第一の曲率 $R_1 = 250\text{ mm}$ としたこと以外は、実施例5と同様の石英ガラスるつぼを用いた。

[0043] (実施例7)

第一の曲率 $R_1 = 180\text{ mm}$ 、第二の曲率 $R_2 = 740\text{ mm}$ としたこと以外は、実施例5, 6と同様の石英ガラスるつぼを用いた。

[0044] (実施例8)

第二の曲率 $R_2 = 890\text{ mm}$ としたこと以外は、実施例7と同様の石英ガラスるつぼを用いた。

[0045] 比較例1, 2、実施例1-8の石英ガラスるつぼの形状データと評価結果を表1に示す。

[0046]

[表1]

	るつぼ底部 の外形状	R1	R2	底部断面幅 (mm)	ガタツキ	シリコン対流
比較例1	凸状面	180	815	0	×	○
比較例2	平坦面	180	-	570	○	×
実施例1	凹状面	180	815	60	○	○
実施例2	凹状面	180	815	50	△	○
実施例3	平坦面	130	765	255	○	○
実施例4	平坦面	230	865	140	○	○
実施例5	平坦面	110	815	140	○	△
実施例6	平坦面	250	815	140	○	△
実施例7	平坦面	180	740	140	○	△
実施例8	平坦面	180	890	140	○	△

↑

○: 傾き5° 未満
△: 傾き5° 以上10° 未満
×: 傾き10° 以上

[0047] 表1に示すように、実施例1－8、比較例2のように、石英ガラスるつぼの底部の外面の形状を、平坦面又は凹状面とすることで、石英ガラスるつぼを黒鉛るつぼの内部に安定して自立させることができることがわかる。しかしながら、第2の湾曲部を備えない比較例2では、シリコンメルトの対流に変化や乱れが生じた。一方、実施例1－8のように、 $R1 < R2$ を満たす、第一の曲率R1を有する第1の湾曲部、第二の曲率R2を有する第2の湾曲部を備えた石英ガラスるつぼを用いることで、単結晶シリコンインゴットの育成時のシリコンメルトの対流の変化や乱れを抑制できることもわかる。また、実施例1－8の石英ガラスるつぼは、通常の保管時においても、特別な治具等を使用することなく、黒鉛るつぼに配置するときと同じ状態で、石英ガラスるつぼの底部を下にしたまま安定して保管することができ、作業効率や安全性も向上可能なものであった。

[0048] 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] C Z 法により単結晶シリコンインゴットを育成するための石英ガラスるつぼであって、
- 前記石英ガラスるつぼは、円筒状の直胴部と、該直胴部の下端に連続し第一の曲率 R_1 を有する第1の湾曲部と、該第1の湾曲部に連続し第二の曲率 R_2 を有する第2の湾曲部と、該第2の湾曲部に連続する底部を有する有底筒状のものであり、
- 前記第一の曲率 R_1 と前記第二の曲率 R_2 は $R_1 < R_2$ の関係にあり、
- 前記底部の外面が、前記石英ガラスるつぼの中心軸に直交する平坦面、又は、前記平坦面から凹んだ凹状面をなすものであることを特徴とする石英ガラスるつぼ。
- [請求項2] 前記第一の曲率 R_1 は $120\text{ mm} \leq R_1 \leq 240\text{ mm}$ であり、
- 前記第二の曲率 R_2 は $750\text{ mm} \leq R_2 \leq 880\text{ mm}$ であることを特徴とする請求項1に記載の石英ガラスるつぼ。
- [請求項3] 前記石英ガラスるつぼの中心軸を含む断面から見た前記底部の幅が 60 mm 以上であることを特徴とする請求項1又は2に記載の石英ガラスるつぼ。