(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-531727
(P2024-531727A)
(43)公表日　令和6年8月29日(2024.8.29)

(51)国際特許分類			FI			テーマコード（参考）
Ｃ３０Ｂ	*29/06*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	29/06	５０２Ａ	４Ｇ０７７
Ｃ３０Ｂ	*15/04*	*(2006.01)*	Ｃ３０Ｂ	15/04		

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全14頁）

(21)出願番号　特願2024-516474(P2024-516474)
(86)(22)出願日　令和4年8月29日(2022.8.29)
(85)翻訳文提出日　令和6年5月9日(2024.5.9)
(86)国際出願番号　PCT/US2022/075574
(87)国際公開番号　WO2023/044237
(87)国際公開日　令和5年3月23日(2023.3.23)
(31)優先権主張番号　63/244,047
(32)優先日　令和3年9月14日(2021.9.14)
(33)優先権主張国・地域又は機関
米国(US)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　518112516
グローバルウェーハズ カンパニー リミテッド
ＧｌｏｂａｌＷａｆｅｒｓ Ｃｏ．，Ｌｔｄ．
台湾 ３００７５ シンチュ シンチュ サイエンス パーク インダストリー イー．ロード セカンド ナンバー８
(74)代理人　100145403
弁理士　山尾 憲人
(74)代理人　100184343
弁理士　川崎 茂雄
(74)代理人　100112911
弁理士　中野 晴夫
(72)発明者　フィリップス，リチャード ジョセフ
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　複合多結晶シリコン供給管を有する結晶引き上げシステム、そのような管の調製方法、および単結晶シリコンインゴットの形成方法

(57)【要約】
複合多結晶シリコン供給管を有する結晶引き上げシステム、そのような管を形成する方法、およびそのような管を使用して単結晶シリコンインゴットを形成する方法。複合多結晶シリコン供給管は、石英および少なくとも１つのドーパントを含む。複合多結晶シリコン供給管は、スリップキャスト法により作製してもよい。

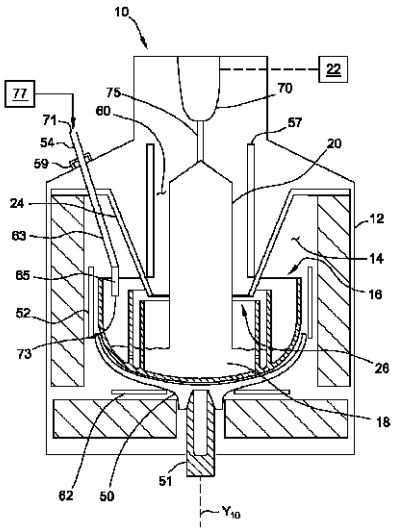


FIG. 1

【特許請求の範囲】
【請求項１】
シリコン融液から単結晶インゴットを成長させるための結晶引き上げシステムであって、引き上げ軸を有し、
成長チャンバを規定するハウジング；
成長チャンバ内に配置され、シリコン融液を収容するためのるつぼアセンブリ；および、
多結晶シリコンをるつぼアセンブリに供給するために、ハウジングを通って成長チャンバ内に延びる複合多結晶シリコン供給管であって、石英と少なくとも１つのドーパントとからなる複合多結晶シリコン供給管；を含む結晶引き上げシステム。
【請求項２】
ドーパントは、ＳｉＣ、Si_3N_4、ＡｌＮ、Ｓｉ、ZrO_2およびY_2O_3から選択される請求項１に記載の結晶引き上げシステム。
【請求項３】
ドーパントの濃度は、少なくとも２０ｐｐｍ、少なくとも５０ｐｐｍ、少なくとも１００ｐｐｍ、２０ｐｐｍ～１０，０００ｐｐｍ、および１００ｐｐｍ～１０，０００ｐｐｍである、請求項１または２に記載の結晶引き上げシステム。
【請求項４】
複合多結晶シリコン供給管が、以下の方法：
スリップスラリーを鋳型に導入する工程であって、スリップスラリーは、シリカ、ドーパント、および液体キャリアを含む工程；
鋳型から液体キャリアの少なくとも一部を除去し、多結晶シリコン供給管グリーン体を形成する工程；
多結晶シリコン供給管グリーン体を鋳型から分離する工程；および、
多結晶シリコン供給管グリーン体を焼結して、多結晶シリコン供給管グリーン体を乾燥および緻密化して、複合多結晶シリコン供給管を形成する工程；
で形成される、請求項１～３のいずれか１項に記載の結晶引き上げシステム。
【請求項５】
多結晶シリコン供給管を準備する方法であって、以下の工程：
スリップスラリーを鋳型に導入する工程であって、スリップスラリーは、シリカ、ドーパント、および液体キャリアを含む工程；
鋳型から液体キャリアの少なくとも一部を除去して、多結晶シリコン供給管グリーン体を形成する工程；
多結晶シリコン供給管グリーン体を鋳型から分離する工程；および、
多結晶シリコン供給管グリーン体を焼結して、多結晶シリコン供給管グリーン体を乾燥および緻密化して、多結晶シリコン供給管を形成する工程；
を含む多結晶シリコン供給管を準備する方法。
【請求項６】
多結晶シリコン供給管を、結晶引き上げ装置のハウジングに形成された多結晶シリコン供給管ポート中に配置する工程、を含む請求項５に記載の方法。
【請求項７】
単結晶シリコンインゴットを形成する方法であって、以下の工程：
るつぼアセンブリ内でシリコン融液を形成する工程；
シリコンの融液を種結晶と接触させる工程；
種結晶を融液から引き上げて、単結晶シリコンインゴットを形成する工程；および、
複合多結晶シリコン供給管を通って融液に多結晶シリコンを添加して融液を補充する工程であって、複合多結晶シリコン供給管は石英とドーパントとを含む工程；
を含む単結晶シリコンインゴットを形成する方法。
【請求項８】
ドーパントは、ＳｉＣ、Si_3N_4、ＡｌＮ、Ｓｉ、ZrO_2およびY_2O_3から選択

される請求項７に記載の方法。
【請求項９】
ドーパントの濃度は、少なくとも２０ｐｐｍ、少なくとも５０ｐｐｍ、少なくとも１００ｐｐｍ、２０ｐｐｍ～１０，０００ｐｐｍ、および１００ｐｐｍ～１０，０００ｐｐｍである請求項７または８に記載の方法。
【請求項１０】
多結晶シリコン供給管が、以下の工程：
スリップスラリーを鋳型に導入する工程であって、スリップスラリーは、シリカ、ドーパント、および液体キャリアを含む工程；
鋳型から液体キャリアの少なくとも一部を除去し、多結晶シリコン供給管グリーン体を形成する工程；
多結晶シリコン供給管グリーン体を鋳型から分離する工程；および、
多結晶シリコン供給管グリーン体を焼結して、多結晶シリコン供給管グリーン体を乾燥および緻密化して、複合多結晶シリコン供給管を形成する工程；
により作製される請求項７～９のいずれか１項に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【関連出願の相互参照】
【０００１】
本出願は、２０２１年９月１４日に出願された米国仮特許出願第６３／２４４，０４７号の利益を主張するものであり、その全体が参照により本明細書に組み込まれる。
【技術分野】
【０００２】
本開示の分野は、複合多結晶シリコン供給管を有する結晶引き上げシステム、そのような管を形成する方法、およびそのような管を使用して単結晶シリコンインゴットを形成する方法に関する。
【背景技術】
【０００３】
単結晶シリコンインゴットを形成するための連続的なチョクラルスキ法では、シリコンインゴットが融液から引き上げられる際に融液を補充するために、多結晶シリコンが融液に継続的または断続的に添加される。いくつかの従来法では、固体多結晶シリコンは、インゴット引き上げ装置ハウジングを通って延びる供給管を通して融液に添加される。単結晶シリコンインゴットを成長させるためのいくつかのバッチモードでは、結晶引き上げ装置は温度を維持したままでよく、多結晶シリコンをるつぼに供給して第２のシリコン融液を調製し、そこから第２のインゴットを成長させることができる。
【０００４】
多結晶シリコンは、不純物が融液に混入する原因となる供給管を摩耗させる可能性がある。供給管は従来、溶融シリカプロセスによって製造されており、その結果、管はその長さにわたって均一な特性を有する。固体多結晶シリコンの添加中に融液に入る不純物の量を減少させる結晶引き上げシステム、および／または管がその長さにわたって可変特性を有することを可能にする供給管の製造方法に対する必要性がある。
【０００５】
本セクションは、本開示の様々な態様に関連し得る技術の様々な態様を読者に紹介することを意図しており、これらは以下に記載され、および／または特許請求される。この議論は、本開示の様々な態様をより良く理解するための背景情報を読者に提供する上で有用であると考えられる。従って、これらの記載は、このような観点から読まれるべきであり、先行技術を認めるものではないと理解されるべきである。
【発明の概要】
【０００６】
本開示の一態様は、シリコン融液から単結晶インゴットを成長させるための結晶引き上げシステムに関する。このシステムは、引き上げ軸を含み、成長チャンバを規定するハウ

ジングを含む。るつぼアセンブリは、シリコン融液を収容するために成長チャンバ内に配置される。複合多結晶シリコン供給管は、多結晶シリコンをるつぼアセンブリに供給するために、ハウジングを通って成長チャンバ内に延びている。複合多結晶シリコン供給管は、石英と少なくとも１種のドーパントからなる。

【０００７】

本開示の他の態様は、多結晶シリコン供給管を調製する方法に関する。スリップスラリーを鋳型に導入する。スリップスラリーは、シリカ、ドーパント、および液体キャリアを含む。液体キャリアの少なくとも一部が鋳型から除去され、多結晶シリコン供給管グリーン体が形成される。多結晶シリコン供給管グリーン体を鋳型から分離する。多結晶シリコン供給管グリーン体を焼結して、多結晶シリコン供給管グリーン体を乾燥および緻密化して、多結晶シリコン供給管を形成する。

【０００８】

本開示のさらに他の態様は、単結晶シリコンインゴットを形成する方法に関する。シリコンの融液は、るつぼアセンブリ内で形成される。シリコンの融液を種結晶と接触させる。種結晶を融液から引き上げて単結晶シリコンインゴットを形成する。複合多結晶シリコン供給管を通して多結晶シリコンを融液に添加し、融液を補充する。複合多結晶シリコン供給管は石英とドーパントを含む。

【０００９】

本開示の上述の態様に関連して指摘された特徴の様々な改良が存在する。さらなる特徴もまた、同様に本開示の上述の態様に組み込まれ得る。これらの改良および追加の特徴は、個々に、または任意の組み合わせで存在し得る。例えば、本開示の図示された実施形態のいずれかに関連して後述される様々な特徴は、単独でまたは任意の組み合わせで、本開示の上述の態様のいずれかに組み込まれ得る。

【図面の簡単な説明】

【００１０】

【図１】シリコン融液から単結晶インゴットを成長させるための結晶引き上げシステムの断面図である。

【図２】結晶引き上げシステムの詳細断面図である。

【図３】シリコン供給管中のＳｉまたはＡｌＮドーパントの量の増加に伴う熱伝導率の変化を示すグラフである。

【００１１】

対応する参照符号は、図面全体を通して対応する部分を示す。

【発明を実施するための形態】

【００１２】

本開示の提供は、連続的なチョクラルスキ（ＣＺ）法によりシリコン融液から単結晶（すなわち、シングル結晶）シリコンインゴット（例えば、半導体または太陽電池グレード材料）を製造するための結晶引き上げシステムに関する。本明細書に開示されるシステムおよび方法は、バッチ法またはリチャージＣＺ法によって単結晶インゴットを成長させるために使用することもできる。図１を参照すると、例示的な結晶引き上げシステムが概略的に示されており、全体が１０で示されている。結晶引き上げシステム１０は、引き上げ軸Ｙ$_{10}$と、成長チャンバ１４を規定するハウジング１２とを含む。るつぼアセンブリ１６が、成長チャンバ１４内に配置される。るつぼアセンブリ１６は、シリコン融液１８（例えば、半導体または太陽電池グレードの材料）を含み、そこから単結晶インゴット２０が、さらに後述する引き上げ機構２２によって引き上げられる。結晶引き上げシステム１０は、インゴット成長中にインゴット２０が通過する中央通路２６を規定する熱シールド２４（「反射板」と呼ばれることもある）を含む。

【００１３】

図２は、インゴット２０が引き上げられる前の結晶引き上げシステム１０の一部を示す。るつぼアセンブリ１６は、底部３０と、底部３０から上方に延びる外側側壁３２とを含む。るつぼアセンブリ１６は、中央堰３４と、底部３０から上方に延びる内側堰３６とを

含む。中央堰３４は、外側側壁３２と内側堰３６との間に配置される。るつぼアセンブリ１６は、外側側壁３２と中央堰３４との間に配置されたるつぼ溶融ゾーン３８を含む。るつぼアセンブリ１６はまた、中央堰３４と内側堰３６との間に配置された中間ゾーン４０を含む。るつぼアセンブリ１６はまた、内側堰３６内に配置された成長ゾーン４２を含む。るつぼアセンブリ１６は、例えば、石英、または結晶引き上げシステム１０が本明細書に記載されるように機能することを可能にする任意の他の適切な材料で作られてもよい。さらに、るつぼアセンブリ１６は、結晶引き上げシステム１０が本明細書に記載されるように機能することを可能にする任意の適切なサイズを有することができる。るつぼアセンブリ１６はまた、一緒になって底部を形成する分離した底部を有し、るつぼの側壁が上述の堰３４、３６である３つの「入れ子式」るつぼを含むことができる。他の実施形態（例えば、バッチ再充填システム）では、るつぼは、るつぼ外側側壁３２内に堰を含まない。

【００１４】

インゴット成長中、多結晶シリコンは、るつぼ溶融ゾーン３８に添加され、そこでシリコンは溶融し、シリコン融液を補充する。シリコン融液は、中央の堰開口部４４を通って中間ゾーン４０に流入する。その後、シリコン融液は内側堰開口部４１を通って、内側堰３６内に配置された成長ゾーン４２に流れる。様々なシリコン融液ゾーン（例えば、外側融液ゾーン３８、中間ゾーン４０および成長ゾーン４２）によって、インゴット２０が成長ゾーン４２から連続的に引き出される間に多結晶シリコンが融液に連続的または半連続的に添加される連続的なチョクラルスキ法に従ってインゴットを成長させることができる。成長ゾーン４２内のシリコン融液１８は、単一の種結晶７５と接触する（図１）。種結晶７５は、引き上げワイヤまたはケーブル３７に接続されたチャック７０によって保持される。引き上げワイヤ３７、チャック７０、および種結晶７５は、引き上げ機構２２（例えば、動力ローラ、プーリ、またはスプール）によって昇降される。種結晶７５が融液１８からゆっくりと引き上げられると、融液１８からの原子が種結晶７５に整列して付着し、インゴット２０が形成される。

【００１５】

るつぼアセンブリ１６は、サセプタ５０（図１）によって支持される。サセプタ５０は、回転可能なシャフト５１によって支持されている。側面ヒータ５２は、システム１０に熱エネルギを供給するために、サセプタ５０およびるつぼアセンブリ１６を取り囲んでいる。１つ以上の底部ヒータ６２が、るつぼアセンブリ１６とサセプタ５０の下に配置される。ヒータ５２、６２は、固体多結晶シリコン原料の初期チャージを溶融し、初期チャージが溶融された後、融液１８を液化状態に維持するように動作する。ヒータ５２、６２はまた、インゴットの成長中に多結晶シリコン供給管５４（図１）を通して添加される固体多結晶シリコンを溶融するように作用する。ヒータ５２、６２は、システム１０が本明細書で説明するように機能することを可能にする任意の適切なヒータ（例えば、抵抗ヒータ）であってよい。

【００１６】

結晶引き上げシステム１０は、成長チャンバ１４に不活性ガスを導入するためのガス導入口（図示せず）と、成長チャンバ１４から不活性ガスおよび他の気体および空気中の粒子を排出するための１つ以上の排気口（図示せず）とを含む。ガス導入口は、アルゴンなどの適切な不活性ガスを供給する。

【００１７】

システム１０は、熱シールド２４と共に配置された円筒形ジャケット５７を含む。ジャケット５７は流体冷却され、中央通路２６と位置合わせされたジャケット室６０を含む。インゴット２０は引き上げ軸Y_{10}に沿って引き上げられ、中央通路２６を通ってジャケット室６０に入る。ジャケット５７は、引き上げられたインゴット２０を冷却する。

【００１８】

熱シールド２４は、一般に錐台形状である。熱シールド２４は、るつぼアセンブリ１６および融液１８に面する外面６１を含む。熱シールド２４は、融液の汚染を防止するために被覆されてもよい。いくつかの実施形態では、熱シールド２４は、その中にモリブデン

シートを含む２つのグラファイトシェルで作られる。表面６１は、融液の汚染を低減するためにコーティング（例えば、ＳｉＣ）されてもよい。

【００１９】

熱シールド２４は底部５８（図２）を含む。熱シールド２４は、中央通路２６が成長ゾーン４２の真上に配置されるように、るつぼアセンブリ１６の上方に配置され、融液１８から引き上げられたインゴットが中央通路２６を通って引き上げられるようになっている。外面６１は、輻射熱を融液１８およびるつぼアセンブリ１６に向けて反射する反射コーティングで被覆されてもよい。このように、熱シールド２４は、るつぼアセンブリ１６および融液１８内に熱を保持するのに役立つ。さらに、熱シールド２４は、引き上げ軸$Y_1$$_0$に沿って概ね均一な温度勾配を維持するのに役立つ。

【００２０】

初期溶融段階の間、固体多結晶シリコンの初期量が、るつぼ溶融ゾーン３８、中間ゾーン４０および成長ゾーン４２に装填される。初期装入物は、約１０キログラムから約２００キログラムのシリコンであってよい。初期装入物の質量は、所望の結晶直径およびホットゾーンの設計に依存する。

【００２１】

固体状態のシリコンの初期装入物が溶融され、インゴット２０が融液１８から引き上げられる。インゴット成長中（またはバッチ再チャージシステムのように成長後）、結晶引き上げ装置ハウジング１２を通って成長チャンバ１４内に延びる多結晶シリコン供給管５４（または単に「供給管」）を通して、固体多結晶シリコンがるつぼアセンブリ１６に加えられる。多結晶シリコン供給管５４は、結晶引き上げ装置ハウジング１２の外部にある入口７１を含む。固体多結晶シリコンは、ドーパント供給システム７７によって入口７１を通して管５４に添加することができる。一般に、本明細書に記載されるように結晶引き上げ装置１０を動作させる任意の適切なドーパント供給システム７７が、そうでないとの記載がない限り、好適である。例示的なドーパント供給システム７７は、貯蔵容器および振動シュート（例えば、シュートに接続された振動機を有するシュート）を含み得る。振動シュートは、固体多結晶シリコンを貯蔵容器から管５４の入口に移動させる。

【００２２】

多結晶供給管５４は、成長チャンバ１４内に出口７３を含む。固体シリコンは管５４を通って落下し、出口７３を通って管５４から排出される。出口７３は、外側溶融ゾーン３８内など、るつぼアセンブリ１６内（例えば、るつぼアセンブリ１６の頂部の下）に配置されてもよい。

【００２３】

多結晶シリコン供給管５４は、結晶引き上げシステム１０のハウジング１２内に形成された多結晶シリコン供給管ポート５９内に配置される（すなわち、多結晶シリコン供給管５４は、後述するスリップキャスト法などによって形成されるものである）。

【００２４】

供給管５４を通って供給される固体シリコンは、例えば、多結晶シリコンチップ、粒状多結晶シリコン、またはチャンク多結晶シリコン、またはそれらの組み合わせであってよい。チャンク多結晶シリコンは、一般に、粒状多結晶シリコンよりも大きいチップ多結晶シリコンよりもサイズが大きい。例えば、チャンク多結晶シリコンは、一般に、少なくとも１５ｍｍ（例えば、５ｍｍから１１０ｍｍの範囲）の平均公称サイズを有するが、チップ多結晶シリコンは、１ｍｍから１５ｍｍの平均公称サイズを有する。固体シリコンは、インゴット２０の成長中に実質的に一定の融液高さレベルおよび体積を維持するのに十分な速度で添加される。

【００２５】

本開示の実施形態では、多結晶シリコン供給管５４の少なくとも一部は複合材料である。複合管５４は、ベース材料（例えば、石英）と、少なくとも１つのドーパント（本明細書では「第２相」と呼ばれることもある）とを含む。一般に、任意の適切なドーパントを使用することができる（例えば、供給管５４の特性を変更または強化するドーパント）。

【００２６】
適切なドーパントとしては、例えば、ＳｉＣ、Si_3N_4、ＡｌＮ、Ｓｉ、ZrO_2またはY_2O_3、およびそれらの組み合わせが挙げられる。複合供給管５４中のドーパントの濃度は、供給管５４および結晶引き上げシステム１０が本明細書に記載されるように動作することを可能にする、任意の適切な範囲であってよい。いくつかの実施形態では、管５４中のドーパントの濃度は、少なくとも２０ｐｐｍ、少なくとも５０ｐｐｍ、または少なくとも１００ｐｐｍ（例えば、２０ｐｐｍ～１０，０００ｐｐｍ、または１００ｐｐｍ～１０，０００ｐｐｍ）である。いくつかの混合相は、さらに高い濃度の第２相ドーパント（例えば、少なくとも３０ｖｏｌ％の第２相、少なくとも４０ｖｏｌ％の第２相、少なくとも５０ｖｏｌ％の第２相、または少なくとも６０ｖｏｌ％以上の第２相）を有することができる。

【００２７】
いくつかの実施形態では、管５４全体が複合材料（例えば、石英および石英を通して分散された少なくとも１つの第２相）で形成される。他の実施形態では、管５４の一部のみが複合材料で形成される。例えば、ハウジング１２を貫通して延びる管５４の上部セグメント６３は複合材料で作られてもよく、または上部セグメント６３から垂直下方に延び、るつぼアセンブリ１６に入る下部セグメント６５は複合材料で作られてもよい。管５４の様々なセグメントは、複合材料で作られてもよいが、セグメントの１つ以上に異なる濃度またはタイプのドーパントが含まれていてもよい。図１に図示された管５４は例示的な管であり、管５４は異なる構成（例えば、より多くのまたはより少ないセクション）を有してもよい。

【００２８】
複合管５４は、スリップキャストプロセスによって形成することができる。以下にさらに説明するように、スリップスラリー（または単に「スリップ」）が鋳型に注がれ、管５４の形状の「グリーン体」が形成される。グリーン体は鋳型から取り出され、焼結されて管５４が形成される。鋳型は、典型的には、管の雌型（例えば、スリップスラリーが充填され得る円筒形の隙間を形成する外側部分と内側コアとを有する）に形成される。鋳型は、分離可能な２つのセグメントで作られてもよい。

【００２９】
いくつかの実施形態では、鋳型内のチャネルに添加されるスリップスラリーは、シリカ（SiO_2）、少なくとも１つのドーパント、および水などの液体キャリアを含む。スリップスラリーは、シリカ粒子を懸濁状態に保つ懸濁剤などの他の試薬も含むことができ、当業者に公知の懸濁剤のいずれかを含む。例示的な懸濁剤としては、粒子に吸着するポリマーまたは有機物（例えば、長鎖有機分子、またはシリカ粒子に表面電荷を蓄積させて粒子同士の接触を低減させる他の薬剤）が挙げられる。また、スリップスラリーは、後述するように、焼結中に任意に燃焼し得る１つ以上の結合剤を含むことができる。オプションとして、スリップスラリーは、得られるグリーン体からの管鋳型の分離を促進するための１つ以上の離型剤を含むことができる。

【００３０】
管鋳型は、液体キャリアを鋳型から除去して（例えば、毛細管現象によって）グリーン体を形成することを可能にする材料で作製することができる。いくつかの実施形態では、管鋳型は、石膏（例えば、パリ石膏とも呼ばれ得る$CaSO_4-nH_2O$）などの石膏で作られる。他の実施形態では、管鋳型は多孔質シリカで作られている。管鋳型は、毛細管現象によって液体キャリアを鋳型内に引き込む一般的に多孔質体であってもよい。他の実施形態では、液体キャリアは真空によって引き出されてもよい。

【００３１】
液体キャリアがスリップスラリーから鋳型内に引き出されると、「グリーン体」が鋳型内に残る。例えば、グリーン体は、鋳型から分離したときにその形状を維持するのに十分な構造を有していてもよい。例えば、グリーン体の含水率は、約５０％未満、約４５％未満、少なくとも約３０ｗｔ％、少なくとも約３５ｗｔ％、少なくとも約４０ｗｔ％、少な

くとも約４５ｗｔ％、約３０ｗｔ％～約５０ｗｔ％、または約３５ｗｔ％～約４５ｗｔ％であってよい。

【００３２】

グリーン体は、グリーン体を比較的低湿度および／または制御された湿度周囲にさらすこと（例えば、グリーン体が十分な強度を有するようになった後、鋳型を除去し、グリーン体を比較的低湿度および／または制御された湿度周囲にさらすこと）などにより、さらに乾燥させることができる。本明細書で使用する「グリーン体」または「グリーン状態」という用語は、限定的な意味で考慮されるべきではなく、一般に、液体キャリアがスリップスラリーから部分的に引き抜かれた後、構造体の焼結前の管の中間状態を指す。

【００３３】

グリーン体は、グリーン体または得られた多結晶シリコン供給管５４（図１）から研削または切断され得る突起（すなわち、鋳型部品の形状を形成するために使用される突起）を含み得る。

【００３４】

多結晶シリコン管のグリーン体が鋳型から取り出されると、グリーン体を焼結して（例えば、乾燥炉で）、グリーン体を乾燥させて緻密化し、多結晶供給管５４（図１）を形成することができる。グリーン体は、約１２００℃～約１８００℃、約１３００℃～約１７００℃、または約１３００℃～約１６５０℃の温度で焼結され得る。いくつかの実施形態では、多結晶管は、焼結後に２０ｗｔ％未満、１５ｗｔ％未満、１０ｗｔ％未満、または５ｗｔ％未満の含水率を有する。

【００３５】

管５４を形成するための他の方法を使用することもできる。例えば、他の実施形態では、管５４は、３Ｄ印刷法によって作製されてもよい。他の実施形態では、テープ鋳造または押出成形が使用される。管５４を円筒として図示し説明してきたが、管５４は他の対称形状または非対称形状を有してもよい。例えば、管５４は、トラフ形状を有してもよい。

【００３６】

石英と少なくとも１つのドーパントからなる複合多結晶供給管を形成するための本開示の方法は、単結晶シリコンインゴットを製造するために使用されてもよい。そのような方法では、複合管５４に多結晶シリコンを添加することによって、るつぼアセンブリ１６に多結晶シリコンを添加する。この管は石英と少なくとも１つのドーパントからなる。

【００３７】

従来の多結晶シリコン供給管と比較して、本開示の供給管にはいくつかの利点がある。管（例えば、石英管）内の第２相（すなわち、１つ以上のドーパント）の使用は、固体シリコンが管を下ってるつぼアセンブリに移動する際に管に接触することによって引き起こされるすり減りおよび磨耗を低減する。これにより、不純物（例えば、管を形成するために使用されるシリカ中に存在する酸素およびその他の不純物）の量が減少する。また、ドーパントを使用することで、管内に形成される多結晶シリコンの閉塞の発生率も低下する。ドーパントの使用はまた、管の熱伝導率を変化させること、および／または管の不透明度を変化させることを可能にする。熱伝導率や不透明度を変化させることにより、管壁面での多結晶シリコンの溶融を減少させ、および／または集塵や目詰まりを減少させることができる。管の形成にスリップキャスト法を使用することにより（例えば、溶融シリコン法とは対照的に）、ドーパントを管に組み込むことができ、管を非対称形状に形成することができる。非対称設計では、摩耗やリバウンドの影響を低減できるため、供給システム内の不純物濃度を下げることができる。スリップキャスト法はまた、管の特定領域の熱伝導率または不透明度を変化させるなど、管の特定部分を特定のドーパントレベルに調整することを可能にする。管がスリップキャストによって製造される実施形態では、この方法は、管の最終寸法に近い正味の形状および／または（機械加工が低減または排除された）即使用可能な管をもたらす可能性がある。

【００３８】

実施例

本開示のプロセスは、以下の実施例によってさらに説明される。これらの実施例は、限定的な意味で捉えられるべきではない。

【００３９】

実施例１：異なるドーパントを有するスリップキャスト管における熱伝導率の変化

石英多結晶管中のドーパント（シリコンまたはＡｌＮ）の量を変化させて、管の熱伝導率を変化させることができる。図３は、ドーパント濃度の関数としての熱伝導率の変化を示している。例えば、石英の熱伝導率（約１．８Ｗ／ｍ＊Ｋ）から約３Ｗ／ｍ＊Ｋに、熱伝導率を変化させるために、２０～３０体積％のドーパントを添加することができる。

【００４０】

本明細書において、寸法、濃度、温度、または他の物理的もしくは化学的な特性もしくは特徴の範囲と共に使用される場合、用語「約（ａｂｏｕｔ）」、「実質的に（ｓｕｂｓｔａｎｔｉａｌｌｙ）」、「本質的に（ｅｓｓｅｎｔｉａｌｌｙ）」、および「約（ａｐｐｒｏｘｉｍａｔｅｌｙ）」は、例えば、丸め、測定方法、または他の統計的変動に起因する変動を含む、特性もしくは特徴の範囲の上限および／または下限に存在し得る変動をカバーすることを意味する。

【００４１】

本開示の要素またはその実施形態を紹介する場合、冠詞「１つの（ａ）」、「１つの（ａｎ）」、「その（ｔｈｅ）」、および「該（ｓａｉｄ）」は、１つまたは複数の要素が存在することを意味することが意図される。用語「含む（ｃｏｍｐｒｉｓｉｎｇ）」、「含む（ｉｎｃｌｕｄｉｎｇ）」、「含む（ｃｏｎｔａｉｎｉｎｇ）」、および「有する（ｈａｖｉｎｇ）」は、包括的であることを意図しており、列挙された要素以外の追加の要素が存在し得ることを意味する。特定の方向を示す用語（例えば、「上部（ｔｏｐ）」、「下部（ｂｏｔｔｏｍ）」、「側部（ｓｉｄｅ）」など）の使用は、説明の便宜のためであり、記載される項目の特定の方向を必要とするものではない。

【００４２】

本開示の範囲から逸脱することなく、上記の構成および方法において様々な変更がなされ得るので、上記の説明に含まれ、添付の図面に示される全ての事項は、例示的なものとして解釈され、限定的な意味において解釈されないことが意図される。

【図面】

【図１】

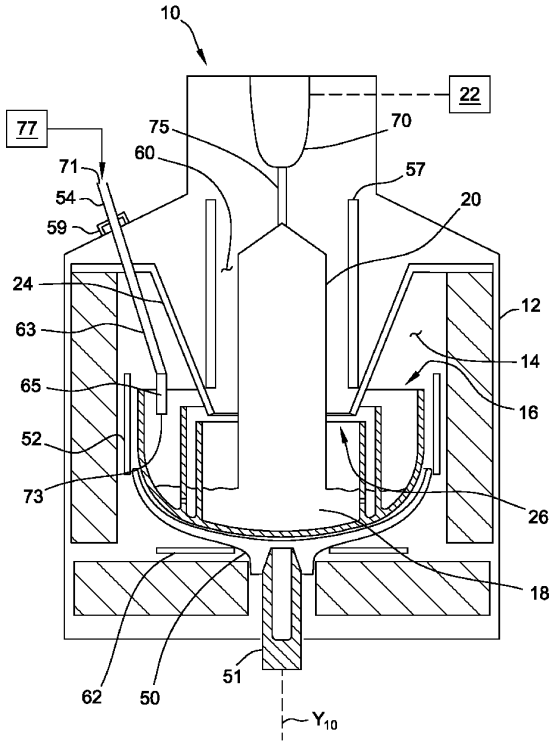


FIG. 1

【図２】

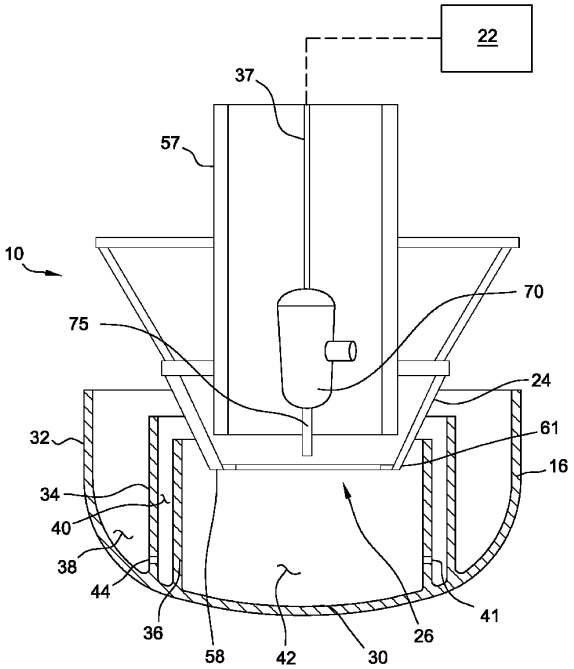
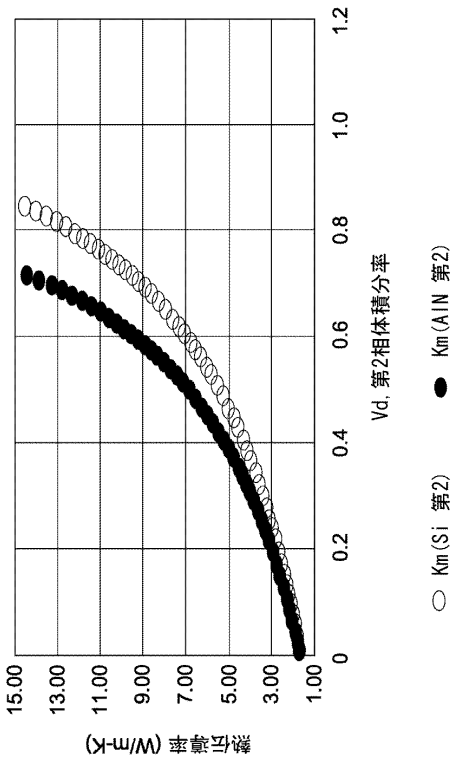


FIG. 2

【図３】



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2022/075574

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C30B15/02 C30B29/06 C30B15/00 C04B35/14
ADD.

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)
C30B C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	US 5 762 491 A (WILLIAMS DICK S [US] ET AL) 9 June 1998 (1998-06-09) figures 1-10 column 1, lines 9-34 column 3, line 55 - column 4, line 57 column 9, lines 3-58 -----	1-4,7-10 6
X Y	US 2008/196448 A1 (BORENS MANFRED [DE] ET AL) 21 August 2008 (2008-08-21) figure 1 paragraphs [0037], [0045] - [0051] ----- -/--	5 6

[x] Further documents are listed in the continuation of Box C. [x] 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	Date of mailing of the international search report
17 November 2022	24/11/2022

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Schmitt, Christian

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2022/075574

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DONG XUELIN ET AL: "Determination of trace elements in high-purity quartz samples by ICP-OES and ICP-MS: A normal-pressure digestion pretreatment method for eliminating unfavorable substrate Si", ANALYTICA CHIMICA ACTA, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 1110, 7 March 2020 (2020-03-07), pages 11-18, XP086125139, ISSN: 0003-2670, DOI: 10.1016/J.ACA.2020.03.006 [retrieved on 2020-03-07] "2. Experimental" table 1 -----	1-10

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/US2022/075574

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5762491 A	09-06-1998	DE 69613654 T2	18-10-2001
		EP 0771891 A1	07-05-1997
		JP H09194295 A	29-07-1997
		KR 970023973 A	30-05-1997
		SG 74572 A1	22-08-2000
		TW 305818 B	21-05-1997
		US 5762491 A	09-06-1998
US 2008196448 A1	21-08-2008	CN 101357767 A	04-02-2009
		DE 102007004242 A1	31-07-2008
		EP 1950183 A1	30-07-2008
		JP 2008208021 A	11-09-2008
		KR 20080069554 A	28-07-2008
		TW 200848382 A	16-12-2008
		US 2008196448 A1	21-08-2008

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,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,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピータース、パール・ドライブ５０１

(72)発明者　セペダ，サルバドル

アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピータース、パール・ドライブ５０１

(72)発明者　ルーター，ウィリアム

アメリカ合衆国６３３７６ミズーリ州セント・ピータース、パール・ドライブ５０１

Ｆターム（参考）　4G077　AA02 AB01 BA04 CF06 CF10 EB01 EC10 EG25 EG29 EG30
GA01 HA12 PB02 PB05 PB09 PB11